



UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA
FACULTAD DE CIENCIAS
POSTGRADO EN FÍSICA

DETERMINACIÓN EXPERIMENTAL DE LAS PROPIEDADES ELECTROMAGNÉTICAS DE PETRÓLEO PESADO EN EL RANGO DE LAS MICROONDAS

Autor: Ing. Eduardo J. Páez B.

Tutores: Dra. Gema González.

Dr. Roberto C. Callarotti

Trabajo de Grado de Maestría presentado
ante la ilustre Universidad Central de
Venezuela para optar al título de Magister
Scientiarum, Mención Física.

Caracas, Venezuela

Febrero, 2014



UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA
FACULTAD DE CIENCIAS
COMISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



Comisión de Estudios
de Postgrado

VEREDICTO

Quienes suscriben, miembros del jurado designado por el Consejo de la Facultad de Ciencias de la Universidad Central de Venezuela, para examinar el **Trabajo de Grado** presentado por: **EDUARDO JAVIER PÁEZ BARRIOS** Cédula de identidad N° 15.300.720, bajo el título "**DETERMINACIÓN EXPERIMENTAL DE LAS PROPIEDADES ELECTROMAGNÉTICAS DE PETRÓLEO PESADO EN EL RANGO DE LAS MICROONDAS**", a fin de cumplir con el requisito legal para optar al grado académico de **MAGÍSTER SCIENTIARUM, MENCIÓN FÍSICA**, dejan constancia de lo siguiente:

1.- Leído como fue dicho trabajo por cada uno de los miembros del jurado, se fijó el día 13 de Marzo de 2014 a las 08:00 AM., para que el autor lo defendiera en forma pública, lo que éste hizo en la Sala del Centro de Computación, mediante un resumen oral de su contenido, luego de lo cual respondió satisfactoriamente a las preguntas que le fueron formuladas por el jurado, todo ello conforme con lo dispuesto en el Reglamento de Estudios de Postgrado.

2.- Finalizada la defensa del trabajo, el jurado decidió **aprobarlo**, por considerar, sin hacerse solidario con la ideas expuestas por el autor, que se ajusta a lo dispuesto y exigido en el Reglamento de Estudios de Postgrado

Para dar este veredicto, el jurado estimó que el trabajo examinado constituye un aporte importante en la técnica de medición de propiedades electromagnéticas de crudos pesados utilizando cavidades resonantes en el rango de las microondas (5GHz).

3.- El jurado por unanimidad decidió otorgar la calificación de **EXCELENTE** al presente trabajo por considerarlo de excepcional calidad en vista de la originalidad de los resultados obtenidos y su impacto para la industria petrolera nacional e internacional.

En fe de lo cual se levanta la presente ACTA, a los 13 días del mes de Marzo del año 2014, conforme a lo dispuesto en el Reglamento de Estudios de Postgrado, actuó como Coordinadora del jurado la Dra. Gema González.

El presente trabajo fue realizado bajo la dirección de la Dra. Gema González y el Dr. Roberto Callarotti.

Lisseta D'Onofrio

Lisseta D'Onofrio / C.I.3.812.851
UCV

Miguel Martín

Miguel Martín / C.I.3.982.506
UCV

Roberto Callarotti

Roberto Callarotti / C.I.3.222.728
UCV
Tutor

LDO/MM/RC.-13/03/2014

Dedicatoria

La grata *Providencia* tuvo el sabio gesto de reunirme con los seres más cándidos y amorosos cuando apenas nací, mis padres. A Domingo y Carmen va dedicado todo lo que soy y lo que no soy...

...

Agradecimientos

No puedo hacer otra cosa más difícil que aproximarme a expresar, en estas pocas líneas, mi más sincero agradecimiento a Roberto, por su seguimiento, sus consejos y metodología durante el desarrollo de este trabajo. Quien además me enseñó mucho más que teorías y ecuaciones y, de quién entendí que la moral y la dignidad son las únicas cualidades humanas que nos permiten abrir caminos, tanto en tiempos de lucha como de paz. Gracias igualmente a Elinor por las incontables tacitas de café y por haber leído y corregido este documento.

Mi especial agradecimiento al Sr. Luis Rodríguez Quiróz, por haber creído en esta idea, impulsarla y sostenerla aún en contra de la burocracia más atroz imaginada. Un verdadero ejemplo de dedicación y entereza ante la adversidad. Gracias por todos sus consejos durante la etapa constructiva de la cavidad y sus acostumbradas oportunas observaciones y cuestiones a lo largo de todo el proyecto.

A los, mucho más que simples, compañeros del LEA (Laboratorio de Electromagnetismo Aplicado), Marco y Yuande, por el apoyo técnico y por todos esos momentos de libertad intelectual en que discutimos los resultados de las mediciones y las mejoras posibles.

Amigos incondicionales del buen vino y la crítica social. Por quienes hago más las siguientes palabras y, que me disculpo de antemano si cierto anónimo llegó a decir en algún momento de la historia: un vino es inolvidable cuando es compartido con un buen amigo.

A Lousiana, por haber soportado y calmado toda mi amargura y ansiedad en esos momentos tan difíciles que me tocó sobrellevar debido a las circunstancias. Gracias indudablemente por colaborar en la consecución del presente proyecto aunque no haya sido técnicamente.

A todos los nombrados aquí y, a todos aquellos que por razones de espacio no menciono pero que son igual de importantes para mi, les ofrezco a Fudo, el Guardián de Buda, el Junípero Fantasma, para que proteja vuestros espíritus e ilumine vuestras conciencias por más de 800 años.



FIGURA 0.1. Éste bonsái, es un Junípero rescatado de las montañas de Japón en el año 1901. Apareció en público por primera vez en 1929, en una exposición de la que resultó ganador, para luego desaparecer por 17 años. Por eso se le conoce también como el Junípero Fantasma. El bonsái sobrevivió a la Segunda Guerra Mundial, por ello su dueño, Yoshimatsu Hattori, decidió bautizarlo como Fudo, además de su parecido con el Remolino de Fuego sobre el que está Fudo, el Guardián de Buda, quien lucha contra el mal en el mismo infierno. Tras la muerte de Hattori en el año 1960, el árbol pasa a manos del maestro Kyuzo Murata después de una intensa insistencia ya que el árbol había decaído. Para ese entonces Fudo era conocido sólo en fotografías y Murata le da renombre internacional. En 1970 Murata tuvo que cederlo al Jardín Botánico de Brooklyn debido a la contaminación en Japón. Fudo fue declarado muerto en Octubre del año 1971. Los estudios indican que vivió más de 800 años. En 1988 El maestro Kyuzo Murata recibió la Orden del Sol Naciente, convirtiéndose así en el primer jardinero de bonsáis en recibir esta distinción.

Índice general

Índice de figuras	vi
Índice de tablas	xi
Resumen	1
Objetivos	2
1. General	2
2. Específicos	2
Capítulo 1. Introducción	3
Capítulo 2. Marco teórico	10
1. Métodos resonantes para caracterización de materiales	10
2. Resonador dieléctrico blindado	13
3. Medición en un puerto de la calidad y la frecuencia de resonancia.	23
4. Determinación de la incertidumbre de la medición	28
5. Teoría de permitividades dieléctricas efectivas para mezclas	36
Capítulo 3. Metodología	40
1. Diseño de una cavidad resonante cilíndrica.	40
2. El circuito excitador.	45
3. Arreglo experimental.	47
4. Ajuste del analizador vectorial de redes.	49
5. Rango válido de medición para el modo TE_{011} .	52
6. Determinación de la frecuencia de resonancia y la calidad del sistema.	53
7. Consideraciones especiales para el crudo pesado.	56
8. Solución numérica del modelo teórico.	58
9. Validación del método empleado para caracterización electromagnética.	59

Capítulo 4. Análisis y discusión de los resultados.	60
1. Frecuencia de resonancia y calidad de la cavidad vacía.	60
2. Validación del método. Repetibilidad de la medición	63
3. Medición de la permitividad dieléctrica real de crudo pesado <i>A</i> .	65
4. Medición de la permitividad dieléctrica imaginaria de crudo pesado <i>A</i> .	67
5. Incertidumbre total de la medida	68
6. Permitividad dieléctrica compleja de un segundo tipo de crudo pesado <i>B</i> .	69
7. Permitividad dieléctrica compleja de crudo pesado en el modo TE_{021} (6,301 GHz).	71
Capítulo 5. Conclusiones y recomendaciones	73
1. Conclusiones	73
2. Recomendaciones	75
Anexos	77
Bibliografía	78

Índice de figuras

- 0.1 Éste bonsái, es un Junípero rescatado de las montañas de Japón en el año 1901. Apareció en público por primera vez en 1929, en una exposición de la que resultó ganador, para luego desaparecer por 17 años. Por eso se le conoce también como el Junípero Fantasma. El bonsái sobrevivió a la Segunda Guerra Mundial, por ello su dueño, Yoshimatsu Hattori, decidió bautizarlo como Fudo, además de su parecido con el Remolino de Fuego sobre el que está Fudo, el Guardián de Buda, quien lucha contra el mal en el mismo infierno. Tras la muerte de Hattori en el año 1960, el árbol pasa a manos del maestro Kyuzo Murata después de una intensa insistencia ya que el árbol había decaído. Para ese entonces Fudo era conocido sólo en fotografías y Murata le da renombre internacional. En 1970 Murata tuvo que cederlo al Jardín Botánico de Brooklyn debido a la contaminación en Japón. Fudo fue declarado muerto en Octubre del año 1971. Los estudios indican que vivió más de 800 años. En 1988 El maestro Kyuzo Murata recibió la Orden del Sol Naciente, convirtiéndose así en el primer jardinero de bonsáis en recibir esta distinción. iv
- 1.1 Factor de atenuación para los modos $TM_{(01)}$, TE_{01} y TE_{11} para una guía de ondas de diámetro 6 pulgadas. 6
- 1.2 Distribución espacial del campo eléctrico para el modo TE_{011} . Simulación obtenida por diferencias finitas usando COMSOL Multiphysics® 7
- 1.3 Configuración experimental. Se muestra la cavidad resonante cilíndrica que encierra a un dieléctrico central cuyas propiedades se desean conocer 8
- 2.1 Guía de ondas circular cilíndrica hueca. 16
- 2.2 Circuito equivalente de una cavidad resonante excitada magnéticamente. Se muestran todos los modos resonantes mediante circuitos RLC en paralelo acoplados mediante una relación de transformación $1 : m_n$. 24

2.3 Red de Foster tipo 1. El circuito equivalente de la cavidad se puede escribir como un circuito RLC en paralelo.	24
2.4 Diagrama de Smith alrededor de la frecuencia de resonancia. Se muestran las cuatro impedancias que se requieren para emplear el método de los puntos críticos.	26
2.5 Proceso de medición. Se indican las dimensiones nominales de diseño de la cavidad, radio b y altura d . La cavidad está hecha de un material con conductividad conocida σ_f . El dieléctrico central tiene propiedades ϵ'_r y $\tan(\delta_d)$. Se resuelven numéricamente (2.30) y (2.32) para determinar los resultados esperados de la medición de la frecuencia de resonancia de la cavidad y la calidad del sistema.	35
2.6 Modelo para la Medición de ϵ'_{1m} . A las especificaciones dimensionales nominales se les adicionan números pseudoaleatorios (e_a , e_d y e_b) con distribuciones de probabilidad específicas. Estas variaciones producen variaciones en el valor esperado de la medición frecuencia de resonancia, al cual también se le adicionan otros errores debido a que afectan la determinación indirecta de la permitividad dieléctrica real.	38
2.7 Modelo para la Medición de $\tan(\delta_{dm})$. Aplica el mismo análisis de la figura anterior. Sobre las mediciones directas de las frecuencias f_u y f_l se le adicionan los errores cometidos en su medición con una distribución de probabilidad definida.	39
3.1 Distribución espacial de la magnitud del campo eléctrico total para el modo TE_{011}	42
3.2 Diagrama del cuerpo de la cavidad.	43
3.3 Diagrama de la tapa de la cavidad.	44
3.4 Mecanizado de la cavidad.	45
3.5 Cavidad resonante.	46
3.6 Configuraciones de excitación tipo "loop". (a) Configuración circular. (b) Configuración semi-círculo. (c) Configuración rectangular. El excitador hace contacto con el conductor central del cable coaxial que viene del VNA por medio del conector	47
3.7 Ilustración del circuito excitador de la cavidad resonante.	48
3.8 Diagrama experimental. Se muestra la probeta de cuarzo centrada en la cavidad resonante conectada al analizador vectorial de redes por medio de un cable coaxial.	49

3.9 Circuito equivalente aproximado del sistema de medición. Se muestra el equipo de medición en serie con una resistencia interna conectado al circuito excitador por medio de un cable coaxial de impedancia característica 50Ω de longitud d	50
3.10 Rango de medición para un dieléctrico de diámetro 6 cm, modo TE_{011} en 4,881 GHz. Para este diámetro se incrementa gradualmente la permitividad dieléctrica real hasta que el modo pierda su condición resonante.	53
3.11 Rango de medición para un dieléctrico de diámetro 4 cm, modo TE_{011} en 4,881 GHz. Para este diámetro se incrementa gradualmente la permitividad dieléctrica real hasta que el modo pierda su condición resonante	54
3.12 Rango de medición para un dieléctrico de diámetro 3 cm, modo TE_{011} en 4,881 GHz. Para este diámetro se incrementa gradualmente la permitividad dieléctrica real hasta que el modo pierda su condición resonante	55
3.13 Carta de Smith donde se señalan los puntos críticos en el caso de la cavidad vacía. Los cuatro puntos marcados corresponden a la reactancia máxima, reactancia mínima y dos puntos donde las impedancias son iguales, respectivamente	56
3.14 Diagrama para caracterización electromagnética de crudo pesado utilizando un resonador dieléctrico blindado.	57
3.15 Imagen de la configuración experimental.	58
4.1 Identificación del modo TE_{011} . Resultado obtenido directamente del VNA del parámetro S_{11} vs frecuencia.	60
4.2 Identificación del modo TE_{011} con la presencia de cuarzo-vaselina. Resultado obtenido directamente del VNA del parámetro S_{11} vs frecuencia.	63
4.3 Identificación del modo TE_{011} con la presencia de crudo pesado. Diagrama de Smith obtenido directamente del VNA. Se muestran las cuatro impedancias de interés para emplear el método de los puntos críticos.	65
4.4 Histograma de frecuencia para la permitividad dieléctrica relativa obtenida mediante simulaciones de Monte Carlo.	69
4.5 Histograma de frecuencia para la tangente de pérdidas obtenida mediante simulaciones de Monte Carlo.	69

- 4.6 Identificación del modo TE_{011} con la presencia de crudo pesado. Diagrama de Smith obtenido directamente del VNA. Se muestran las cuatro impedancias de interés para emplear el método de los puntos críticos. 70
- 4.7 Identificación del modo TE_{021} con la presencia de crudo pesado. Diagrama de Smith obtenido directamente del VNA. Se muestran sólo dos de los puntos críticos: reactancia máxima y reactancia mínima. Crudo A 71
- 4.8 Identificación del modo TE_{021} con la presencia de crudo pesado. Diagrama de Smith obtenido directamente del VNA. Se muestran sólo dos de los puntos críticos: reactancia máxima y reactancia mínima. Crudo B 72

Índice de tablas

1 Fuentes de incertidumbres en la medición de la permitividad compleja mediante un resonador dieléctrico blindado.	33
1 Dimensiones para una cavidad resonante circular cilíndrica. Modo TE_{011}	42
1 Puntos críticos. Modo TE_{011}	61
2 Puntos críticos. Modo TE_{011}	61
3 Puntos críticos. Modo TE_{011}	62
4 Permitividad dieléctrica real y Factor de Calidad con vaselina. Modo TE_{011}	63
5 Puntos críticos. Modo TE_{011}	65
6 Frecuencia de resonancia y Calidad con crudo pesado. Modo TE_{011}	66
7 Probeta de Cuarzo	66
8 Valores de todas las fuentes de incertidumbre.	68
9 Permitividad dieléctrica real y tangente de pérdidas de crudo pesado B. Modo TE_{011}	70
10 Permitividad dieléctrica y tangente de pérdidas en 6,301 GHz. TE_{021}	72

Resumen

En el presente trabajo se describe la medición de la respuesta electromagnética de crudos pesados venezolanos en frecuencias de microondas (4,881 GHz y 6,301 GHz). Para ello determinamos experimentalmente la permitividad dieléctrica compleja que junto a la permeabilidad magnética caracterizan dicha respuesta. La permitividad magnética se asume igual a la unidad de acuerdo a estudios anteriores. La determinación experimental de la permitividad dieléctrica implica: a) el diseño, construcción y excitación de un resonador circular cilíndrico como sistema experimental para la caracterización electromagnética del material, b) el procesamiento numérico de los datos experimentales para obtener los parámetros electromagnéticos requeridos y c) la estimación de la incertidumbre de la medición. La cavidad circular cilíndrica fue diseñada y construida para resonar en el modo TE_{011} cerca de 5 GHz excitada mediante un lazo (loop) semicircular.

La muestra de crudo a caracterizar, se confinó en una probeta de cuarzo de alta pureza (99% de silicio) y sus propiedades electromagnéticas se derivaron aplicando la teoría de permitividades efectivas para mezclas de Bruggeman. Las muestras de crudos pesados fueron proporcionadas por PDVSA-INTEVEP por medio de un convenio específico acordado con el Instituto de Ingeniería. Los resultados experimentales indican una permitividad dieléctrica real relativamente independiente de la frecuencia y una permitividad dieléctrica imaginaria muy pequeña a alta frecuencia, lo que significa, una baja absorción de microondas en las frecuencias de caracterización.

Palabras clave: absorción de microondas, petróleo pesado, cavidad resonante.

Objetivos

1. General

- Determinar los parámetros electromagnéticos de petróleo pesado en frecuencias de microondas.

2. Específicos

- Diseñar y construir un resonador con frecuencia de resonancia cercana a 5 GHz en el modo TE_{011} y adecuado para la determinar la propiedad dieléctrica de un líquido de bajas pérdidas.
- Determinar la solución numérica del sistema de ecuaciones que describen el fenómeno tomando en cuenta las fuentes de incertidumbre que influyen la medida de la permitividad dieléctrica.
- Realizar la medida con muestras de distintos crudos pesados venezolanos.
- Medir la respuesta del resonador en otro modo TE a mayor frecuencia para examinar el comportamiento de la muestra.

Capítulo 1

Introducción

Es un hecho bien conocido que Venezuela alberga las mayores reservas de petróleo del tipo pesado y extra-pesado del mundo. La producción de los mismos suele ser bastante laboriosa y costosa, debido principalmente a la alta viscosidad en la que se encuentra el crudo en el yacimiento. Esto obliga a utilizar técnicas de calentamiento del crudo en el fondo del pozo, como inyección de vapor, para reducir la viscosidad e incrementar su producción. Es así, como en la industria y la comunidad científica ha surgido el interés de determinar la capacidad que tiene el crudo pesado y extra-pesado para calentarse cuando es irradiada por energía electromagnética, para determinar de este modo el perfil del calentamiento del crudo en el yacimiento cuando es irradiada desde la superficie con energía electromagnética.

Para determinar la capacidad que tiene un material de absorber energía electromagnética y, por tanto de calentarse, se requiere conocer en primer lugar sus parámetros electromagnéticos, es decir, su permitividad dieléctrica compleja y la permeabilidad magnética compleja. Una vez conocidas sus propiedades puede estimarse el calentamiento del material cuando es irradiada por energía electromagnética mediante un análisis de transferencia de energía [1] [2] [3]. En el caso de crudos pesados, la permeabilidad magnética se tomará igual a la unidad, debido a que no es un material magnético por su composición química principalmente de hidrocarburos y componentes orgánicos.

Entre los años 2000 y 2008, PDVSA-INTEVEP realizó un esfuerzo en el tema del posible calentamiento de crudos por ondas electromagnéticas [4]. En el trabajo de Ovalles y colaboradores se discute el calentamiento de crudo pesado y extra-pesado mediante el uso de un horno de microondas industrial de 650 W en 2,45 GHz. Efectivamente, los resultados obtenidos muestran que existe un aumento de temperatura por absorción electromagnética de la muestra utilizada. Sin embargo, es bien sabido que el espectro de frecuencias de un horno de microondas no es exactamente un tono puro y constante en 2,45 GHz ni tampoco continuo en el tiempo, de modo que no resulta trivial conocer con exactitud de este experimento cuánta energía electromagnética en cada frecuencia es absorbida por el crudo. Tampoco se reporta

el rango de frecuencias en el cual fueron determinadas las propiedades electromagnéticas de las muestras ensayadas y el método utilizado para ello junto con su incertidumbre, tampoco discuten cómo llevar la energía electromagnética disponible en la superficie hasta el fondo del pozo ni qué técnica se puede utilizar para irradiar la energía electromagnética al final de la tubería de producción.

En el año 2003, fueron determinadas las propiedades electromagnéticas de una muestra de crudo pesado y otra de crudo liviano hasta los 3 GHz [5] en el Laboratory For Insulation Research del MIT [6], llegando a la importante conclusión de que estas muestras en ausencia de agua absorben muy poca energía electromagnética. Así pues, hasta el presente no ha sido reportado experimentalmente la absorción de microondas en frecuencias superiores a 3 GHz por parte de crudo pesado como el que se encuentra en los yacimientos venezolanos.

El propósito fundamental del presente trabajo es determinar las propiedades dieléctricas de crudos pesados y para ello se tuvo que diseñar y construir un sistema experimental adecuado a la naturaleza de la muestra. Consideramos que los crudos son materiales no magnéticos [7], [8] por lo que la permeabilidad magnética relativa que usaremos será igual a uno [9], [10] y [11]. Estos parámetros serán utilizados en posteriores estudios computacionales para estimar el calentamiento de yacimientos petroleros cuando la energía electromagnética es enviada desde la superficie, siendo guiada por la tubería de producción.

En general, las técnicas para caracterización electromagnética de materiales se dividen en métodos resonantes y métodos de transmisión/reflexión. Los métodos resonantes proporcionan información precisa sobre los parámetros electromagnéticos y la absorción de microondas en las frecuencias de resonancia de la cavidad. Por el contrario, los métodos de transmisión/reflexión (métodos no resonantes) operan en rangos de frecuencia amplios aunque tienen menor exactitud. Cada método tiene sus ventajas y desventajas y su selección dependerá del tipo de propiedades que se deseen evaluar y por el grado de exactitud requerido. Las técnicas resonantes se basan en la medida de las frecuencias de resonancia y de los factores de calidad (Q) de una cavidad. La muestra a medirse puede ocupar toda la cavidad o una parte de ella.

De acuerdo al tamaño de la muestra con respecto al volumen interno de la cavidad, los métodos resonantes pueden agruparse en métodos de resonadores propiamente dichos y métodos de perturbación. En el primer caso la muestra desconocida llena la cavidad y

sus propiedades se derivan de las frecuencias de resonancia (f_L) y el factor de calidad (Q_L) de cada modo. En estos casos se determinan las propiedades de la muestra a frecuencias desconocidas a-priori. En los métodos de perturbación, se coloca una pequeña muestra del material a caracterizar lo cual produce una variación en la frecuencia de resonancia y en el factor de calidad de la cavidad vacía a partir de los cuales pueden determinarse la permitividad dieléctrica real y la tangente de pérdidas o, equivalentemente, su permitividad dieléctrica imaginaria.

En este trabajo hemos seleccionado un método resonador ya que nos interesa conocer con exactitud los parámetros electromagnéticos de crudos pesados. En este sentido hemos diseñado y construido una cavidad circular cilíndrica de un puerto para operar en el modo TE_{011} debido a la baja incertidumbre que ofrece este modo resonante [12] [13]. La selección de la geometría viene dada por: a) su fácil mecanizado en tornos de control numérico, b) no permite modos degenerados por lo que no existe el inconveniente de que coincidan dos modos en la misma frecuencia y, c) un cilindro ofrece una relación volumen-área superficial mayor que otras geometrías (como la de una caja de caras rectangulares) con lo que se obtienen calidades más altas debido a que se puede almacenar más energía electromagnética en comparación a las pérdidas en las paredes de la cavidad.

Para los objetivos de este proyecto hemos seleccionado una frecuencia de trabajo del modo principal superior a las frecuencias de las mediciones que se disponen sobre la permitividad dieléctrica compleja de crudo pesado. De este manera obtenemos resultados en un nuevo punto del espectro electromagnético que nos servirán para validar los resultados previos observando la tendencia de la permitividad dieléctrica real y la tangente de pérdidas. Sin embargo, la frecuencia seleccionada tampoco debe ser muy alta, dado que, por un lado, las deformidades micromecánicas en la construcción de la cavidad podrían alterar de forma no controlada las mediciones y, por el otro, el factor de calidad (Q_0) de la cavidad decrece con el aumento de frecuencia, sacrificando aún más la confiabilidad de los resultados obtenidos. Con este compromiso en mente y considerando la disponibilidad en el mercado de las dimensiones de material adecuado para mecanizar, se ha seleccionado como diámetro límite de la cavidad el diámetro de las tuberías de producción de los pozos petroleros: 6 pulgadas o 15,24 cm. En una guía de ondas circular cilíndrica resulta de especial interés el modo TE_{011} , debido a que es el único modo cuyo factor de atenuación decrece con el aumento de la frecuencia. Esto

puede observarse en la Figura 1.1 donde ya para 5 GHz el factor de atenuación es inferior a cualquiera de los primeros modos de propagación. Es por ello que la frecuencia principal de caracterización seleccionada en este trabajo es 5 GHz ya que no sólo ofrece una propagación del campo electromagnético con menor atenuación debido a las pérdidas en las paredes de la cavidad sino que también cumple con los requisitos expuestos al principio de este párrafo.

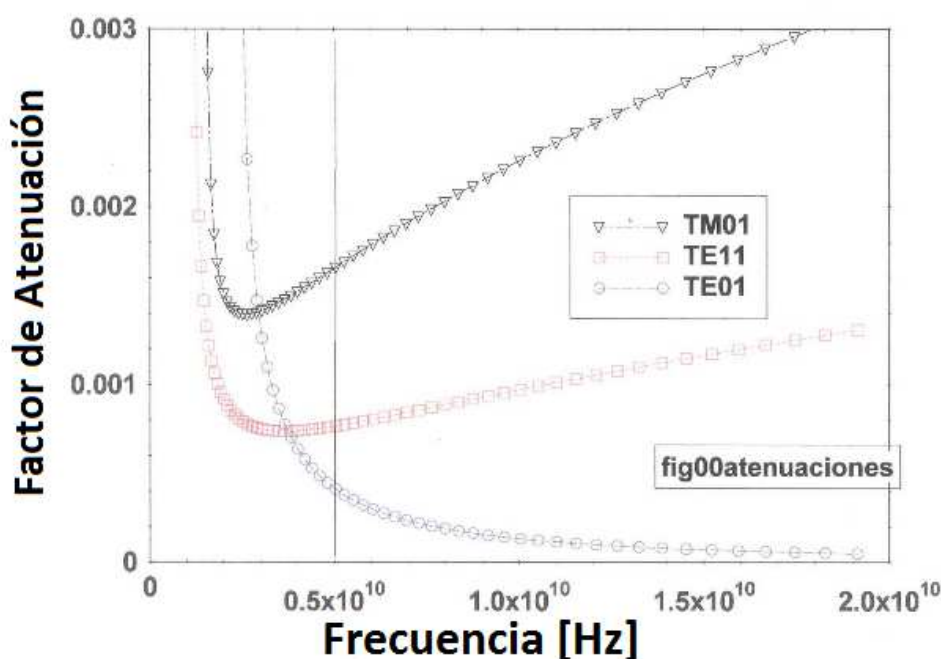


FIGURA 1.1. Factor de atenuación para los modos $TM_{(01)}$, TE_{01} y TE_{11} para una guía de ondas de diámetro 6 pulgadas.

De acuerdo al programa de caracterización de materiales en cavidades resonantes del NIST [12] y una amplia literatura al respecto [13], el modo que ofrece una menor incertidumbre en general y una menor sensibilidad a las deformidades en la preparación de la muestra que va a ser caracterizada, es el modo TE_{011} . La distribución espacial del campo eléctrico para este modo en una cavidad circular cilíndrica se muestra en la Figura 1.2. La mayor intensidad de campo eléctrico se ubica en un anillo concéntrico de la cavidad, lo cual nos sugiere directamente que la muestra de crudo pesado debe ubicarse en el centro de la cavidad para que haya una adecuada interacción de la misma con el campo eléctrico, lo que permitirá mejorar la medición de la permitividad dieléctrica compleja. El modo TE_{011} no tiene componente en la dirección z , sin embargo tiene una componente de campo magnético

bien definida en esta dirección, lo cual sugiere también que una forma sencilla de excitar este modo dentro de la cavidad seleccionada es colocar una pequeña espira de corriente o lazo cuyo campo magnético generado esté orientado en esta dirección. Por ello, hemos excitado la cavidad circular cilíndrica por medio de una terminación tipo 'loop'.

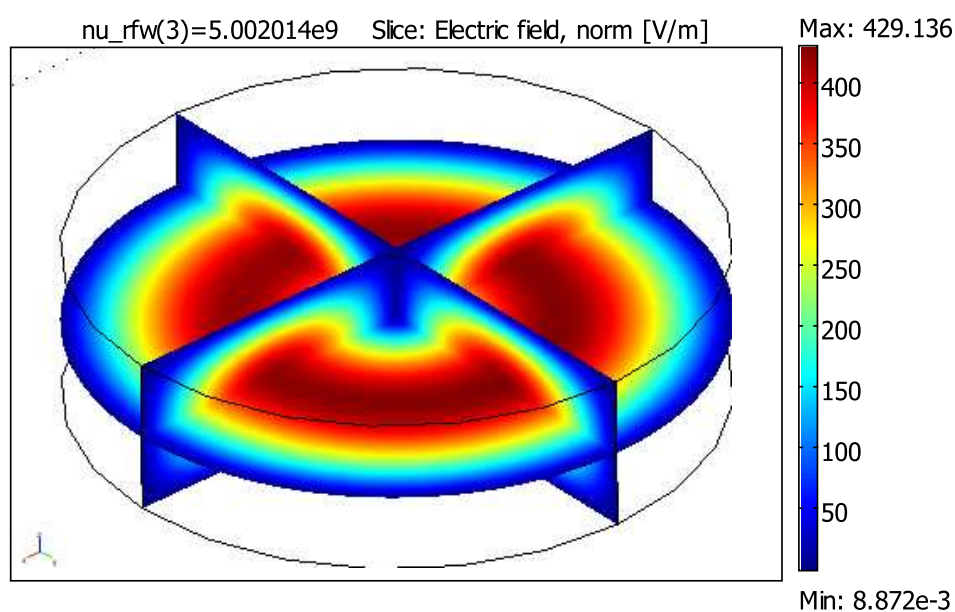


FIGURA 1.2. Distribución espacial del campo eléctrico para el modo TE_{011} . Simulación obtenida por diferencias finitas usando COMSOL Multiphysics®

La configuración utilizada en este trabajo se describe en la figura 1.3. En el centro de la cavidad resonante se coloca la muestra del dieléctrico cuyas características se desean medir. Se resuelven las ecuaciones de Maxwell correspondientes a la geometría del sistema, asumiendo que no hay pérdidas dieléctricas. La solución de las ecuaciones de Maxwell bajo esta suposición permite ignorar la parte imaginaria de la permitividad dieléctrica para el resto del análisis, de modo que la formulación final lleva implícito solamente la permitividad dieléctrica real (ϵ'_r) del dieléctrico central. Éste parámetro puede determinarse entonces, midiendo la frecuencia de resonancia de la cavidad cargada (con presencia de la muestra, f_L). Mediante un sencillo análisis del factor de calidad de la cavidad vacía y el factor de calidad de la cavidad en presencia del dieléctrico puede determinarse la permitividad dieléctrica imaginaria o equivalentemente la tangente de pérdidas. Este estudio será descrito en la sección 2.3. De este modo, el método seleccionado nos proporciona con precisión la permitividad dieléctrica

compleja de crudos pesados lo cual permite determinar la absorción electromagnética cerca de los 5 GHz.

Incluimos en este trabajo el uso de una técnica novedosa que permite determinar la incertidumbre asociada a la medida de la permitividad dieléctrica compleja. Ésta técnica consiste en realizar simulaciones numéricas por medio del Método de Monte Carlo (MMC) aplicada al conjunto de ecuaciones no lineales que describen el fenómeno estudiado y de acuerdo a la distribución de probabilidad de cada fuente de incertidumbre considerada: precisión en la medición de las dimensiones y precisión en la medición de frecuencias con el Analizador Vectorial de Redes utilizado.

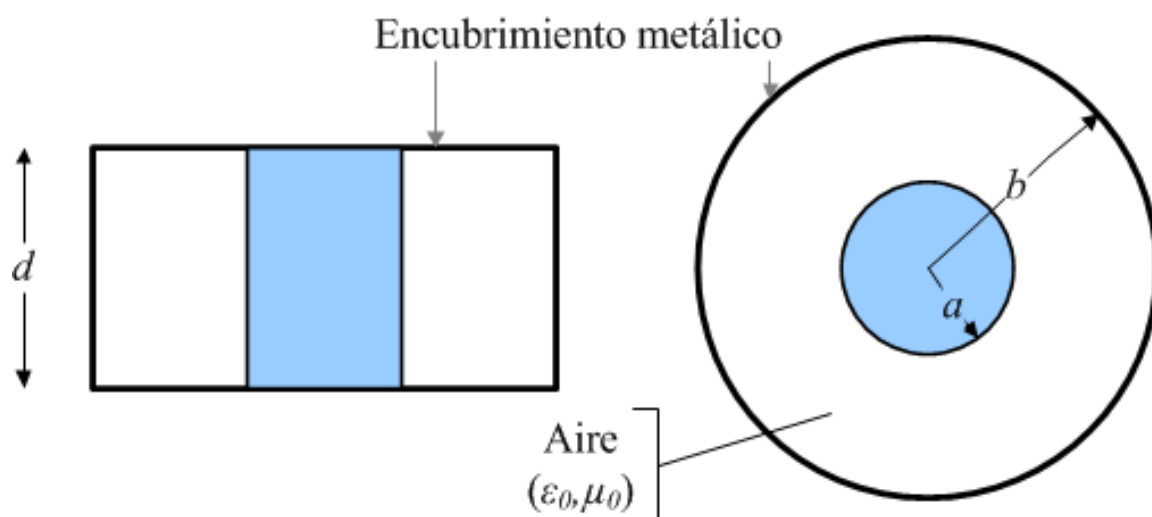


FIGURA 1.3. Configuración experimental. Se muestra la cavidad resonante cilíndrica que encierra a un dieléctrico central cuyas propiedades se desean conocer

Realizamos mediciones en los modos TE_{011} y TE_{021} para dos muestras de crudo pesado procedentes de yacimientos distintos (gravedad 9° API y 8° API). La determinación de la frecuencia de resonancia y la calidad del sistema se hizo mediante el método de los puntos críticos adecuado para cavidades de un solo puerto de medición [14] [15]. Este método, que será descrito en la sección 3, consiste en la ubicación de cuatro valores de impedancia específicas y sus correspondientes frecuencias en una carta de Smith con ayuda de un analizador vectorial de redes. Dado que el crudo pesado es un líquido viscoso, este fue confinado en una probeta de cuarzo, con propiedades electromagnéticas conocidas, en el centro de la cavidad

resonante y posteriormente se utilizó la teoría de permitividades efectivas de Brueggeman [16] [17] [18] para determinar las propiedades del crudo pesado.

En el primer capítulo se presenta el marco teórico: *a)* se presenta una aproximación mediante los potenciales de Hertz para resolver las ecuaciones de Maxwell bajo la configuración utilizada, *b)* se describe el Método de Monte Carlo, *c)* el método de los Puntos Críticos y, *d)* se describe brevemente la teoría de permitividades efectivas de mezclas de Brueggeman. En el segundo capítulo se describe el diseño y la construcción de la cavidad. En el tercer capítulo se muestran, analizan y discuten los resultados obtenidos. Finalmente, en el quinto capítulo se presentan las conclusiones y recomendaciones de este trabajo.

Capítulo 2

Marco teórico

1. Métodos resonantes para caracterización de materiales

Las técnicas de microondas para caracterización electromagnética de materiales se pueden resumir en métodos resonantes y métodos de transmisión/reflexión [19] [13] [20] [21] [22] [12]. Éstos últimos son utilizados para tener un conocimiento general de las propiedades electromagnéticas del material en un rango amplio de frecuencias, mientras que los métodos resonantes se utilizan para conocer con más exactitud y precisión las propiedades electromagnéticas del material en frecuencias discretas. En algunas ocasiones, ambos métodos son usados de forma combinada para obtener una visión completa de los parámetros electromagnéticos del material.

Los métodos resonantes representan una de las técnicas más utilizadas en la caracterización electromagnética de materiales en el rango de alta frecuencia. Éstos a su vez se agrupan en métodos resonadores y métodos de perturbación en cavidades, que brevemente se discuten a continuación.

1.1. Resonadores. Los métodos resonantes nos permiten trabajar en frecuencias discretas del espectro y son ampliamente utilizados debido a su precisión y sensibilidad. En estas técnicas la muestra bajo prueba (MBP) forma parte del resonador y sus propiedades electromagnéticas pueden deducirse principalmente de la frecuencia de resonancia (f) y el factor de calidad del sistema (Q) [13] [23] [24].

Los resonadores dieléctricos son ampliamente utilizados en la caracterización de dieléctricos de bajas pérdidas. Algunos tipos de resonadores dieléctricos usan configuraciones metálicas abiertas, sin embargo, otros tienen una configuración cuya cubierta metálica es completamente cerrada, lo que incrementa el factor de calidad del sistema y permite la excitación de varios modos y la selección de varias frecuencias de resonancia. En esta configuración la muestra se coloca en el centro de la cavidad haciendo buen contacto con las tapas superiores e inferiores metálicas. Usualmente el radio de la cavidad es mayor que su altura y la frecuencia

de resonancia está directamente relacionada con los radios de la cavidad y de la muestra. En general, los modos TM no son apropiados para determinar propiedades electromagnéticas de materiales debido a que la presencia de aire entre la muestra y la tapa de la cavidad interrumpe las corrientes que fluyen del dieléctrico hasta la tapa, alterando significativamente la frecuencia de resonancia y con ella el parámetro electromagnético medido.

Entre los resonadores más comúnmente utilizados se encuentran: a) el resonador Courtney [25], [26], que en esencia es una guía de onda dieléctrica cortocircuitada; b) el resonador Cohn [27] que consiste en una guía de ondas circular cilíndrica donde el material a caracterizarse ha sido preparado geoméricamente para llenar una porción del interior de la guía; c) los resonadores radiales circulares, que consisten en dos piezas circulares cilíndricas enfrentadas a una determinada distancia con un hueco en el centro cada una por donde se ha pasado una barra del material a medir; los resonadores de láminas, en la cual se ha dispuesto una lámina del material bajo pruebas transversalmente en un resonador circular cilíndrico; los doble resonadores dieléctricos blindados, en la cual está enmarcado este desarrollo, cuyo resonador dieléctrico doble compuesto de una probeta de cuarzo lleno de crudo pesado es colocado en el interior de una cavidad resonante circular cilíndrica; también se tienen los resonadores coaxiales con una gran variedad de ellos como los resonadores de superficie de onda, los resonadores coaxiales abiertos y cerrados y, finalmente los resonadores tipo "split", [28], en la que un resonador cilíndrico convencional es dividido en dos parte para colocar una placa del material a caracterizar. Para mayor información acerca de los diferentes tipos de resonadores recomendamos consultar la referencia [29].

1.2. Métodos de perturbación en cavidades. En los métodos de perturbación en cavidades se introduce una pequeña muestra del material a caracterizar y sus propiedades electromagnéticas pueden conocerse del cambio ocurrido en la frecuencia de resonancia y la calidad del sistema original de la cavidad vacía [30] [31].

Las cavidades resonantes metálicas y los resonadores dieléctricos usualmente se emplean en los métodos de perturbación. En la literatura existen tres tipos de variaciones de este tipo de técnicas: perturbación de forma, perturbación de pared y perturbación de material. En la perturbación de forma el material a medir se coloca en una de las paredes de la cavidad modificando la forma de la cavidad y con ello la frecuencia de resonancia principalmente. Por lo general el factor de calidad del sistema se ve poco afectada. En los métodos de perturbación

de pared, la muestra geoméricamente preparada reemplaza una de las paredes de la cavidad sin cambiar su forma. Este método resulta ideal cuando se quiere conocer la impedancia superficial del material bajo ensayo. Por último, se tienen los métodos de perturbación de material en donde la muestra es simplemente colocada en el interior de la cavidad y por tanto la frecuencia de resonancia y la calidad cambian. Este último representa el más sencillo de implementar ya que por lo general la muestra no requiere una mayor preparación geométrica.

2. Resonador dieléctrico blindado

Entre los métodos resonadores, los resonadores dieléctricos representan una de las técnicas más sencillas de emplear. Algunos resonadores dieléctricos pueden ser de configuración metálica abierta y otros pueden tener una configuración metálica completamente cerrada (blindada) [32] [33] [34]. La diferencia entre ambos radica en el factor de calidad de la cavidad que se ve incrementada en el caso del resonador dieléctrico blindado, permitiendo medir materiales de muy bajas pérdidas incluso a frecuencias mayores.

En este trabajo haremos uso de un resonador dieléctrico blindado para determinar la permitividad dieléctrica compleja del crudo pesado. Dado que los crudos pesados son líquidos, aunque muy viscosos, es necesario confinarlo en una probeta por varias razones. La primera de ellas es para evitar el contacto directo del crudo con la cavidad debido a que la limpieza de crudo pesado es muy laboriosa. La segunda razón estriba en el hecho de que al llenar completamente la cavidad con cualquier dieléctrico de propiedades desconocidas, la frecuencia de resonancia de la cavidad puede variar muy significativamente de la frecuencia de diseño en donde se tiene interés en caracterizar el crudo pesado. Al ocupar una pequeña porción de la cavidad con una muestra desconocida, la frecuencia resonante de diseño se altera poco; por ello hemos usado una probeta cilíndrica de cuarzo al 99 % de pureza de silicio cuya permitividad dieléctrica real es $\epsilon'_r = 3,85$ y la tangente de pérdidas es $\tan(\delta_q) = 0,25 \cdot 10^{-4}$ [35].

Nuestro interés se centra en los modos TE debido a que estos ofrecen una menor incertidumbre en la medición de la permitividad dieléctrica. A su vez, la excitación de este modo en la cavidad resonante y su identificación en el equipo de medición son de relativa sencillez. En esta sección se derivarán los modos TE (siendo similar el análisis para los modos TM) para una guía de ondas circular cilíndrica por medio del estudio de los potenciales Hertzianos magnéticos y eléctricos que permiten obtener de forma directa la solución equivalente para una cavidad circular cilíndrica. Posteriormente se aplican las condiciones de borde adecuadas para hallar la solución cerrada de los campos eléctricos y magnéticos. Al final se incluyen algunas soluciones numéricas utilizando elementos finitos para el modo TE_{0n1} .

2.1. Potenciales de Hertz. Una característica general de la electrodinámica clásica es que los campos electromagnéticos deben ser soluciones de las ecuaciones de Maxwell. A partir

de este conjunto de ecuaciones se han derivados muchos formalismos con el fin de facilitar el cálculo para la determinación de los campos eléctricos y magnéticos de un problema dado. Estos formalismos hacen uso de potenciales auxiliares del tipo escalar, vectorial o tensorial como por ejemplo, el potencial vectorial \mathbf{A} (se utilizarán letras en negritas para indicar vectores), el potencial escalar ϕ o los tensores de Green. Usualmente los potenciales son soluciones de ecuaciones diferenciales de segundo orden y en muchos casos permiten conocer mediante un cálculo adicional más sencillo los campos eléctricos y magnéticos [36] [29] [37] [38].

Los vectores potenciales de Hertz representan una manera eficiente de resolver problemas electromagnéticos en medios libres de fuentes. La ventaja principal del uso de los potenciales de Hertz radica en que se puede hallar directamente el conjunto completo de modos Transversal Eléctrico (TE) y Transversal Magnético (TM) mediante una sola representación de $\mathbf{\Pi}_e$ y $\mathbf{\Pi}_m$ sin necesidad de evaluar al mismo tiempo condiciones de borde tanto para \mathbf{E} como para \mathbf{H} . Para mayor información recomendamos consultar las referencias [29] [39] [37] [40] [19].

En una región libre de carga, donde la divergencia de \mathbf{E} es cero ($\nabla \circ \mathbf{E} = 0$), Hertz demuestra que este campo puede expresarse como el rotor de un vector potencial auxiliar $\mathbf{\Pi}_m$. Esta es la base para la formulación de los potenciales Hertzianos. Para un medio homogéneo, isotrópico y libre de cargas, el campo \mathbf{E} se puede determinar como el rotor de un vector potencial $\mathbf{\Pi}_m$, definido como potencial Hertziano tipo magnético. Entonces, trabajando en coordenadas cilíndricas (ρ, ϕ, z) , tenemos

$$(2.1) \quad \mathbf{E} = -j\omega\mu\nabla \times \mathbf{\Pi}_m,$$

donde μ es la permeabilidad magnética del medio y ω la frecuencia angular de la onda.

Usando las ecuaciones de Maxwell,

$$(2.2) \quad \begin{aligned} \nabla \times \mathbf{H} &= j\omega\epsilon\mathbf{E} \\ \implies \nabla \times \mathbf{H} &= k^2\nabla \times \mathbf{\Pi}_m \\ \mathbf{H} &= k^2\mathbf{\Pi}_m + \nabla\varphi, \end{aligned}$$

donde φ es un potencial escalar auxiliar, y $k^2 = \omega^2 \mu \varepsilon$, con ε como la permitividad dieléctrica del medio.

Ahora, podemos utilizar otra de las ecuaciones de Maxwell, $\nabla \times E = -j\omega\mu H$, y substituyendo (4.1), obtenemos,

$$(2.3) \quad \mathbf{H} = \nabla \times \nabla \times \mathbf{\Pi}_m$$

Utilizando la siguiente identidad $\nabla \times \nabla \times = \nabla \nabla \circ - \nabla^2$ y combinando (2.2) con (2.3), obtenemos,

$$(2.4) \quad \nabla \nabla \circ \mathbf{\Pi}_m - \nabla^2 \mathbf{\Pi}_m = k^2 \mathbf{\Pi}_m + \nabla \phi$$

Debido a que φ es un potencial auxiliar podemos seleccionar $\varphi = \nabla \circ \mathbf{\Pi}_m$, obteniendo la siguiente ecuación de Helmholtz,

$$(2.5) \quad \nabla^2 \mathbf{\Pi}_m + k^2 \mathbf{\Pi}_m = 0$$

Una segunda ecuación de Helmholtz se puede obtener del hecho de que ($\nabla \circ \mathbf{H} = 0$). Esto se puede expresar en términos del rotor de otro vector potencial auxiliar $\mathbf{\Pi}_e$ denominado vector potencial auxiliar tipo eléctrico. Al igual que en el caso previo, el análisis anterior se aplica para obtener la solución de los modos transversal magnético TM haciendo uso del vector potencial Hertz tipo eléctrico. [19].

El campo magnético puede expresarse como,

$$(2.6) \quad \mathbf{H} = j\omega\varepsilon \nabla \times \mathbf{\Pi}_e$$

Utilizando las ecuaciones de Maxwell y combinando con (2.6), tenemos que,

$$(2.7) \quad \mathbf{E} = \nabla \times \nabla \times \mathbf{\Pi}_e = k^2 \mathbf{\Pi}_e + \nabla \phi,$$

donde $\mathbf{\Pi}_e$ debe cumplir con la ecuación de onda de Helmholtz,

$$(2.8) \quad \nabla^2 \mathbf{\Pi}_e + k^2 \mathbf{\Pi}_e = 0$$

2.2. Modos Transversal Eléctrico (TE) para una guía circular cilíndrica. Considere una guía de ondas hueca circular cilíndrica de radio $\rho = b$ llena de aire, con eje longitudinal en la dirección z como se indica en la figura 2.1. Si analizamos el vector potencial de Hertz tipo eléctrico para el caso de modos TE, la única manera de garantizar que el campo eléctrico tangencial E_ϕ (dirección azimutal) sea cero en la frontera ($\rho = a$) es si el vector potencial magnético de Hertz tiene componente nula en la dirección radial y azimutal. Entonces, el vector potencial Hertziano tipo magnético se puede expresar como se indica en la referencia [29]:

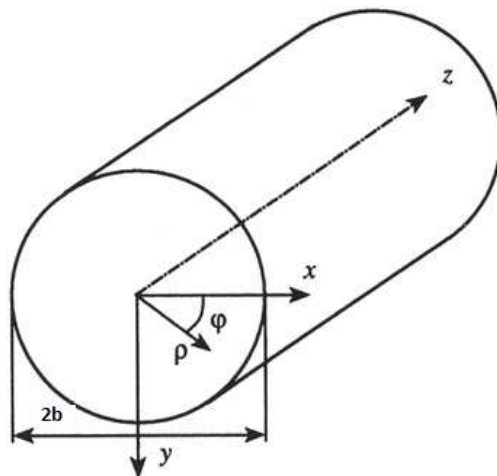


FIGURA 2.1. Guía de ondas circular cilíndrica hueca.

$$(2.9) \quad \mathbf{\Pi}_m = \psi_m(\rho, \phi) e^{-\Gamma z} \hat{\mathbf{a}}_z,$$

Donde la dependencia de la componente longitudinal (z) es armónica en el espacio y la constante de propagación Γ es imaginaria pura $-i\beta$ para una guía de ondas sin pérdidas. En un sistema de coordenadas cilíndricas, usando el método de separación de variables, tenemos: [41]. Entonces,

$$(2.10) \quad \psi_m(\rho, \phi) = R(\rho) P(\phi)$$

Reemplazado 2.9 y 2.10 en (2.5), y utilizando $\nabla^2 = \nabla_T^2 + \partial^2/\partial z^2$, donde ∇_T^2 es la componente transversal del operador Laplaciano ∇^2 ,

$$\begin{aligned}
(2.11) \quad \nabla_T^2 (\psi_m e^{-\Gamma z}) + \left(\frac{\partial^2}{\partial z^2} \right) (\psi_m e^{-\Gamma z}) + k^2 (\psi_m e^{-\Gamma z}) &= 0 \\
&\nabla_T^2 (\psi_m e^{-\Gamma z}) + (\Gamma^2 + k^2) (\psi_m e^{-\Gamma z}) = 0 \\
&\nabla_T^2 (\psi_m) + (k_c^2) (\psi_m) = 0
\end{aligned}$$

En un sistema de coordenadas general la componente transversal del Laplaciano puede escribirse como,

$$(2.12) \quad \nabla_T^2 = \frac{1}{h_1 h_2} \frac{\partial}{\partial u_1} \frac{h_2}{h_1} \frac{\partial \psi_m}{\partial u_1} + \frac{1}{h_1 h_2} \frac{\partial}{\partial u_2} \frac{h_1}{h_2} \frac{\partial \psi_m}{\partial u_2},$$

donde, $h_1 = 1$, $h_2 = \rho$, $u_1 = \rho$ and $u_2 = \phi$, para una guía de ondas circular cilíndrica, así tenemos

$$(2.13) \quad \frac{\partial^2 \psi_m}{\partial \rho^2} + \frac{1}{\rho} \frac{\partial \psi_m}{\partial \rho} + \frac{1}{\rho^2} \frac{\partial^2 \psi_m}{\partial \phi^2} + k_c^2 \psi_m = 0$$

Substituyendo (2.10) en (2.13), obtenemos,

$$(2.14) \quad \rho^2 \left(\frac{1}{R} \frac{\partial^2 R}{\partial \rho^2} \right) + \rho \left(\frac{1}{R} \frac{\partial R}{\partial \rho} \right) + \frac{1}{P} \left(\frac{\partial^2 P}{\partial \phi^2} \right) + \rho^2 k_c^2 = 0.$$

Una propuesta para la dependencia de P respecto a ϕ es una expresión armónica del tipo: $e^{-jk_\phi \phi}$. Esto implica que k_ϕ es un entero: n . La ecuación (2.14) se convierte en,

$$(2.15) \quad \rho^2 \left(\frac{\partial^2 R}{\partial \rho^2} \right) + \rho \left(\frac{\partial R}{\partial \rho} \right) + R (\rho^2 k_c^2 - n^2) = 0$$

La ecuación diferencial de arriba se conoce como ecuación diferencial de Bessel, cuya solución es del tipo,

$$(2.16) \quad R(\rho) = AJ_n(k_c \rho) + BY_n(k_c \rho),$$

donde, A y B son constantes, J_n es la función de Bessel del primer tipo y Y_n es la función de Bessel del segundo tipo (o función de Newmann).

Para el caso de una guía de ondas cilíndrica el término Y_n tiende al infinito cuando $r = 0$. Así que la solución para el potencial Hertziano tipo magnético es,

$$(2.17) \quad \mathbf{\Pi}_m(\rho, \varphi, z) = AJ_n(k_c\rho) \cos(n\phi) e^{-\Gamma z} \hat{\mathbf{a}}_z,$$

donde, n , es un entero que representa el modo de propagación dentro de la guía de onda. Utilizando (4.1) y (2.3) podemos determinar los campos \mathbf{E} y \mathbf{H} .

$$(2.18) \quad \begin{aligned} H_z &= Ak_c^2 J_n(k_c\rho) \cos(n\phi) e^{-i\beta z} \\ H_\phi &= A\beta \frac{n}{\rho} J_n(k_c\rho) \cos(n\phi) e^{-i\beta z} \\ H_\rho &= A\beta \cos(n\phi) e^{-i\beta z} \left[\frac{n}{\rho} J_n(k_c\rho) - k_c J_{n+1}(k_c\rho) \right] \\ E_z &= 0 \\ E_\phi &= -Ai\omega\mu \cos(n\phi) e^{-i\beta z} \left[\frac{n}{\rho} J_n(k_c\rho) - k_c J_{n+1}(k_c\rho) \right] \\ E_\rho &= Ain \frac{\omega\mu}{\rho} \sin(n\phi) J_n(k_c\rho) e^{-i\beta z} \end{aligned}$$

En el conjunto de ecuaciones anteriores, A es una constante la cual sólo depende de la intensidad del campo aplicado en el puerto de alimentación de la guía de ondas.

2.3. Resonador Dieléctrico Blindado.

2.4. Solución para modos TE.. El análisis previo es la base para el estudio de cavidades resonantes y en particular para la configuración de la figura 1.3. Para nuestro análisis asumiremos que el dieléctrico central es de bajas pérdidas, de modo que podemos ignorar la parte imaginaria de la permitividad dieléctrica del material central en lo que corresponde a la solución de las ecuaciones de Maxwell, mientras que del estudio del factor de calidad podremos determinar la tangente de pérdidas (y por consiguiente la permitividad dieléctrica imaginaria ϵ_r'') del material desconocido.

La presencia de un buen conductor tanto en la pared de la cavidad ($\rho = a$, para todo z y ϕ) como las bases planas superior e inferior de ella ($z = 0$ y $z = d$, para todo $\rho = b$ y ϕ) exige que el campo eléctrico tangencial sea cero.

Esto significa que el campo eléctrico en dirección radial debe tener una dependencia estacionaria en z del tipo $\sin(\beta z)$ donde β tome los valores discretos dados por:

$$(2.19) \quad \beta = p\pi/d,$$

donde p es un entero. Por lo tanto, la solución para el potencial Hertziano tipo magnético tiene la forma,

$$(2.20) \quad \mathbf{\Pi}_m = \psi_m(\rho, \phi) \sin(\beta z) \hat{\mathbf{a}}_z$$

Aplicando las condiciones de borde para la componente longitudinal del Laplaciano obtenemos:

$$(2.21) \quad \nabla_T^2(\psi_m) + (k_c^2)(\psi_m) = 0,$$

Y la solución más general es,

$$(2.22) \quad \mathbf{\Pi}_m(\rho, \varphi, z) = [AJ_n(k_c\rho) + BY_n(k_c\rho)] \cos(n\phi) \sin(\beta z) \hat{\mathbf{a}}_z$$

La ecuación de onda de Helmholtz (2.22) es válida para ambas regiones del resonador, en el entendido de que en el caso de la región blindada ($0 \leq \rho \leq a$) sólo la función de Bessel J_n está permitida. La sección encerrada se caracteriza por tener una permitividad, ε_1 y, una permeabilidad μ_1 donde los campos correspondientes son,

$$(2.23) \quad \begin{aligned} H_{z1} &= Ak_{c1}^2 J_n(k_{c1}\rho) \cos(n\phi) \sin(\beta_1 z), \\ H_{\phi 1} &= A\beta_1 \frac{n}{\rho} J_n(k_{c1}\rho) \sin(n\phi) \cos(\beta_1 z), \\ H_{\rho 1} &= A\beta \cos(n\phi) \cos(\beta_1 z) \left[\frac{n}{\rho} J_n(k_{c1}\rho) - k_{c1} J_{n+1}(k_{c1}\rho) \right], \\ E_{z1} &= 0, \\ E_{\phi 1} &= -A i \omega \mu_1 \cos(n\phi) \sin(\beta_1 z) \left[\frac{n}{\rho} J_n(k_{c1}\rho) - k_{c1} J_{n+1}(k_{c1}\rho) \right], \\ E_{\rho 1} &= A i n \frac{\omega \mu_1}{\rho} \sin(n\phi) \sin(\beta_1 z) J_n(k_{c1}\rho). \end{aligned}$$

Para la segunda región ($a \leq \rho \leq b$) la permitividad es ε_2 , y la permeabilidad es μ_2 , donde los campos \mathbf{E} y \mathbf{H} están dados por,

$$\begin{aligned}
H_{z2} &= k_{c2}^2 \cos(n\phi) \sin(\beta_2 z) [BJ_n(k_{c2}\rho) + CY_n(k_{c2}\rho)], \\
H_{\phi 2} &= \beta_2 \frac{n}{\rho} \sin(n\phi) \cos(\beta_2 z) [BJ_n(k_{c2}\rho) + CY_n(k_{c2}\rho)], \\
H_{\rho 2} &= \beta_2 \cos(n\phi) \cos(\beta_2 z) \\
&\quad \left[\frac{n}{\rho} [BJ_n(k_{c2}\rho) + CY_n(k_{c2}\rho)] - k_{c2} [BJ_{n+1}(k_{c2}\rho) + CY_{n+1}(k_{c2}\rho)] \right], \\
E_{z2} &= 0, \\
E_{\phi 2} &= -i\omega\mu_2 \cos(n\phi) \sin(\beta_2 z) \\
&\quad \left[\frac{n}{\rho} [BJ_n(k_{c2}\rho) + CY_n(k_{c2}\rho)] - k_{c2} [BJ_{n+1}(k_{c2}\rho) + CY_{n+1}(k_{c2}\rho)] \right], \\
(2.24) \quad E_{\rho 2} &= in \frac{\omega\mu_2}{\rho} \sin(n\phi) \sin(\beta_2 z) [BJ_n(k_{c2}\rho) + CY_n(k_{c2}\rho)].
\end{aligned}$$

Es importante notar que $\beta_1 = \beta_2 = p\pi/d$. El número de onda de corte está dado por,

$$(2.25) \quad k_{c1}^2 = \omega^2 \mu_1 \varepsilon_1 - \beta^2,$$

$$(2.26) \quad k_{c2}^2 = \omega^2 \mu_2 \varepsilon_2 - \beta^2.$$

Las condiciones de borde para el campo eléctrico tangencial en $\rho = b$ y $\rho = a$ y la continuidad del campo magnético tangencial en $\rho = b$ proporcionan las siguientes ecuaciones,

$$(2.27) \quad B \left[\frac{n}{b} J_n(k_{c2}b) - k_{c2} J_{n+1}(k_{c2}b) \right] + C \left[\frac{n}{b} Y_n(k_{c2}b) - k_{c2} Y_{n+1}(k_{c2}b) \right] = 0.$$

$$\begin{aligned}
A\mu_1 \left[\frac{n}{a} J_n(k_{c1}a) - k_{c1} J_{n+1}(k_{c1}a) \right] &= B\mu_2 \left[\frac{n}{a} J_n(k_{c2}a) - k_{c2} J_{n+1}(k_{c2}a) \right] \\
(2.28) \quad &+ C\mu_2 \left[\frac{n}{a} Y_n(k_{c2}a) - k_{c2} Y_{n+1}(k_{c2}a) \right]
\end{aligned}$$

$$(2.29) \quad Ak_{c1}^2 J_n(k_{c1}a) = k_{c2}^2 [BJ_n(k_{c2}a) + CY_n(k_{c2}a)]$$

Resolviendo para B y C en (2.27), substituyendo en (2.28) y (2.29), y luego dividiendo lado por lado las dos ecuaciones anteriores, podemos obtener las siguientes expresiones

$$(2.30) \quad = \frac{k_{c2}^2 \mu_1 \left[\frac{n}{a} J_n(k_{c1}a) - k_{c1} J_{n+1}(k_{c1}a) \right]}{k_{c1}^2 \mu_2 J_n(k_{c1}a)} \frac{\alpha \left[\frac{n}{a} J_n(k_{c2}a) - k_{c2} J_{n+1}(k_{c2}a) \right] + \left[\frac{n}{a} Y_n(k_{c2}a) - k_{c2} Y_{n+1}(k_{c2}a) \right]}{[\alpha J_n(k_{c2}a) + Y_n(k_{c2}a)]},$$

donde,

$$(2.31) \quad \alpha = - \frac{\left[\frac{n}{b} Y_n(k_{c2}b) - k_{c2} Y_{n+1}(k_{c2}b) \right]}{\left[\frac{n}{b} J_n(k_{c2}b) - k_{c2} J_{n+1}(k_{c2}b) \right]}.$$

De las ecuaciones (2.25) y (2.26) obtenemos las siguientes relaciones,

$$(2.32) \quad \frac{k_{c1}^2 + \beta^2}{k_{c2}^2 + \beta^2} = \frac{\mu_1 \varepsilon_1}{\mu_2 \varepsilon_2}.$$

Las ecuaciones (2.30) y (2.32) dan la relación entre permitividad dieléctrica real del material desconocido y la frecuencia de resonancia. Para el caso que nos interesa la permeabilidad magnética del crudo pesado es igual a la del vacío ($\mu_1 = \mu_0$). Midiendo la frecuencia de resonancia del sistema y resolviendo numéricamente este conjunto de ecuaciones, se puede determinar la permitividad dieléctrica del medio 1 (ε_1), donde el medio 2 por lo general es el aire ($\varepsilon_2 = \varepsilon_0$ y $\mu_2 = \mu_0$) resolviendo numéricamente las expresiones (2.30) y (2.32).

La parte imaginaria de la permitividad dieléctrica (o la tangente de pérdidas) del dieléctrico central se puede determinar midiendo el factor de calidad [13] de la cavidad vacía y luego en presencia del dieléctrico central. El factor de calidad se define como la relación entre la energía almacenada por unidad de ciclo y la potencia de pérdidas presentes en el sistema, que para el caso de una cavidad vacía se refiere a las pérdidas en las paredes debido a la conductividad finita del conductor, es decir,

$$(2.33) \quad Q_u = \frac{\omega W}{P_c},$$

donde W es la energía total almacenada dentro de la cavidad vacía y P_c es la potencia de pérdidas en las paredes de la cavidad. Para el modo TE_{nmp} en una cavidad circular cilíndrica vacía, Q_u , viene dado por la siguiente expresión [42],

$$(2.34) \quad Q_u = \frac{(kb)^3 \eta_0 bd}{4(p'_{nm})^2 R_s} \frac{1 - \left(\frac{n}{p'_{nm}}\right)^2}{\left\{ \frac{bd}{2} \left[1 + \left(\frac{\beta bn}{(p'_{nm})^2}\right)^2 \right] + \left(\frac{\beta b^2}{p'_{nm}}\right)^2 \left[1 - \left(\frac{n}{p'_{nm}}\right)^2 \right] \right\}},$$

donde k y η_0 son el número de onda y la impedancia en el espacio libre, p'_{nm} es la raíz m -ésima de la primera derivada de la función de Bessel del primer tipo y, R_s es la resistencia superficial

$$(2.35) \quad R_s = \sqrt{\frac{\omega \mu_0}{2\sigma}}.$$

$$(2.36) \quad \frac{1}{Q} = \frac{1}{Q_d} + \frac{1}{Q_u} = \frac{\Delta f}{f} = \frac{f_u - f_l}{f},$$

$$(2.37) \quad \tan(\delta_d) = \frac{1}{Q_d} = \frac{\varepsilon_1''}{\varepsilon_1'},$$

donde f es la frecuencia de resonancia, Δf es el ancho de banda de 3 dB, f_l es la frecuencia inferior de Δf , f_u es la frecuencia superior de Δf , Q_d es el factor de calidad asociado solamente a las pérdidas totales del dieléctrico and Q_u es el factor de calidad de la cavidad vacía.

Las ecuaciones (2.30) y (2.32) se reducen al caso límite de una cavidad sencilla llena de un único material cuando $a = b$ o los parámetros electromagnéticos para ambos medios son iguales. Las posibles fuentes de incertidumbre de esta configuración están dados por las dimensiones exactas de la cavidad, pérdidas por la conductividad eléctrica finita de las paredes y resolución del equipo de medición [43], [44] y [45].

3. Medición en un puerto de la calidad y la frecuencia de resonancia.

Entre los parámetros más importantes que caracterizan una cavidad resonante tenemos la frecuencia de resonancia y el factor de calidad del sistema [46] [47]. El primero nos proporciona información del modo resonante y la certeza de las dimensiones de la cavidad y el segundo parámetro nos dice qué tan efectiva es la misma para almacenar energía electromagnética de acuerdo a las pérdidas por fugas y las pérdidas por efecto Joule en las paredes del accesorio.

La técnica a usar para determinar estos parámetros queda determinada por el número de puertos de la cavidad. Existe un importante número de trabajos [48] [49] [50] que reportan cómo medir la calidad y la frecuencia de resonancia de una cavidad; sin embargo, todos se basan en un modelo de circuito equivalente para el problema electromagnético que se tenga y mediante la determinación de los parámetros específicos de ese circuito, poder hallar de forma indirecta Q_0 y f_0 .

Con el desarrollo de analizadores vectoriales de redes cada vez más sofisticados, precisos y rápidos, aparecieron nuevas técnicas más confiables para caracterización de cavidades, ya que permitían simplificar el circuito equivalente para hacer mediciones tanto de dos puertos como de uno, pudiendo en algunos casos utilizar métodos de ajuste de curvas por mínimos cuadrados para hallar la solución del sistema. Desafortunadamente no existe un método que sea apropiado para los distintos casos de acoplamiento entre el excitador y la cavidad resonante; por ejemplo, el método propuesto por Kajfez y Hawn [47] [51] [52] es conveniente en muchos casos pero falla en cavidades acopladas a circuitos externos con pérdidas o en sistemas débilmente sub-acoplados.

En este trabajo empleamos un método conocido como el método de los puntos críticos, que resulta aplicable en los casos de acoplamiento a circuitos externos con pérdidas y casos de sub-acoplamiento débil [15].

3.1. Método de los puntos críticos. El circuito equivalente de una cavidad resonante excitada por un circuito tipo lazo puede expresarse de la forma más general como se ilustra en la Figura 2.2 [53], donde Z_{in} es la impedancia vista en el puerto de conexión de la cavidad, R_e y L_e representan el equivalente circuital del circuito excitador que se encuentra acoplado a infinitos circuitos $R_n L_n C_n$ en paralelo que se refieren a cada modo resonante dentro de la

cavidad con una relación de transformación $1 : m_n$. Para una cavidad circular cilíndrica cada circuito RLC resuena en frecuencias diferentes (no hay modos degenerados) y asumiremos que las frecuencias de resonancia están lo suficientemente bien separadas, de forma tal que la impedancia equivalente de los modos próximos no perturben la impedancia del modo de trabajo. Teniendo en cuenta estas consideraciones, podemos escribir el circuito anterior mediante un circuito equivalente de Foster de tipo 1 como se muestra en las figuras 2.3 para cada modo resonante.

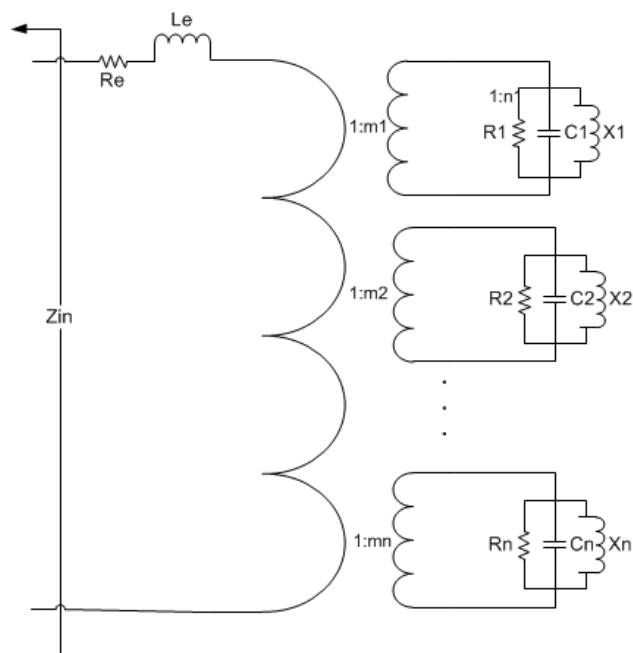


FIGURA 2.2. Circuito equivalente de una cavidad resonante excitada magnéticamente. Se muestran todos los modos resonantes mediante circuitos RLC en paralelo acoplados mediante una relación de transformación $1 : m_n$.

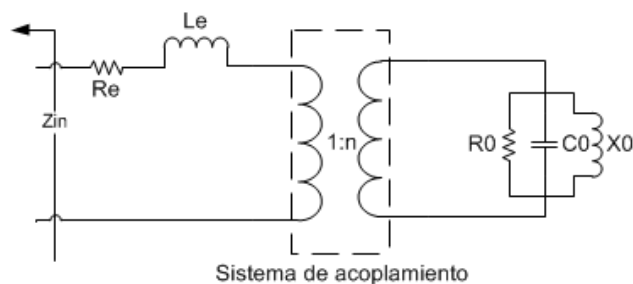


FIGURA 2.3. Red de Foster tipo 1. El circuito equivalente de la cavidad se puede escribir como un circuito RLC en paralelo.

La impedancia de entrada para una red del primer tipo puede expresarse como

$$(2.38) \quad Z_1(\omega) = R_e + j\omega L_e + \frac{R_0'}{\left[1 + jQ_0 \left(\frac{\omega}{\omega_0} - \frac{\omega_0}{\omega}\right)\right]},$$

donde, $R_0' = n^2 R_0$, $Q_0 = R_0 \sqrt{C_0/L_0}$, $\omega_0 = 1/\sqrt{C_0 L_0}$

$$(2.39) \quad \frac{\omega_k}{\omega_0} - \frac{\omega_0}{\omega_k} = 2\delta_k \frac{\left(1 + \frac{\delta_k}{2}\right)}{1 + \delta_k} = 2\delta_k D_k$$

Con,

$$(2.40) \quad \delta_k = (\omega_k - \omega_0)/\omega_0,$$

como parámetro de sintonización de frecuencia.

Y,

$$(2.41) \quad D_k = (1 + \delta_k/2)/(1 + \delta_k),$$

como el factor de desviación de linealidad.

De esta forma la impedancia de entrada se puede reescribir como,

$$(2.42) \quad Z_1(\omega_k) = \left[R_e + \frac{R_0'}{1 + (2Q_0\delta_k D_k)^2} \right] + j \left[\omega_0 (1 + \delta_k) L_e - \frac{2Q_0\delta_k D_k R_0'}{1 + (2Q_0\delta_k D_k)^2} \right].$$

En la frecuencia de resonancia, ω_0 , obtenemos que,

$$(2.43) \quad Z_1(\omega_0) = (R_e + R_0') + j\omega_0 L_e$$

En la figura [2.4](#) se observa un diagrama de Smith típico para una cavidad resonante alrededor de su frecuencia de resonancia ω_0 . En esta gráfica se observa un punto de cruce en el cual $Z_1(\omega_3) = Z_1(\omega_4)$, de modo que igualando la parte real e imaginaria nos queda,

$$(2.44) \quad \frac{R_0'}{1 + (2Q_0\delta_3 D_3)^2} = \frac{R_0'}{1 + (2Q_0\delta_4 D_4)^2}$$

$$(2.45) \quad \omega_0\delta_3 L_e - \frac{2Q_0\delta_3 D_3 R_0'}{1 + (2Q_0\delta_3 D_3)^2} = \omega_0\delta_4 L_e - \frac{2Q_0\delta_4 D_4 R_0'}{1 + (2Q_0\delta_4 D_4)^2}$$

Resolviendo las ecuaciones [\(2.44\)](#) y [\(2.45\)](#), $\delta_3 D_3 = -\delta_4 D_4$

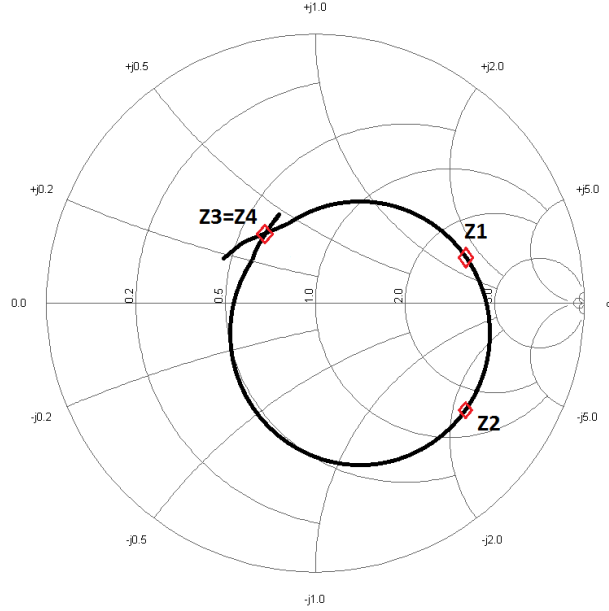


FIGURA 2.4. Diagrama de Smith alrededor de la frecuencia de resonancia. Se muestran las cuatro impedancias que se requieren para emplear el método de los puntos críticos.

$$(2.46) \quad t/a = \frac{1}{1 + (2Q_0\delta_3 D_3)^2}$$

Donde,

$$(2.47) \quad t = \omega_0 L_e / (2Q_0 R_0')$$

Y,

$$(2.48) \quad a = 2D_3 / (1 + D_3/D_4)$$

Los dos puntos extremos de la reactancia en la Figura 2.4 pueden determinarse por el método tradicional derivando la parte imaginaria de Z_1 respecto a δ_k ,

$$(2.49) \quad \frac{\partial \text{Im} [Z_1 (\omega_0 (1 + \delta_k))]}{\partial \delta_k} = 2Q_0 R_0' \left\{ t + \frac{2(2Q_0\delta_k)^2}{[1 + (2Q_0\delta_k)^2]^2} - \frac{1}{1 + (2Q_0\delta_k)^2} \right\} = 0$$

Los puntos que satisfacen la ecuación anterior se conocen como puntos críticos y de ahí el nombre que lleva el presente método para la determinación del factor de calidad y

la frecuencia de resonancia. Para simplificar su solución se introducirán las nuevas variables $x = 2Q_0\delta_k$ y $b = (\delta_3 D_3 / \delta_k)^2$ y sustituyendo en la ecuación (2.49) obtenemos,

$$(2.50) \quad \frac{1 - x^2}{(1 + x^2)^2} = t = \frac{a}{1 + bx^2}$$

Cuya solución es,

$$(2.51) \quad x^2 = \frac{(b - 2a - 1) \pm \sqrt{(b - 2a - 1)^2 - 4(b + a)(a - 1)}}{2(b + a)}$$

Finalmente de la definición de x , se puede determinar la calidad del sistema,

$$(2.52) \quad Q_0 = \frac{|x|}{2|\delta_k|}$$

Los parámetros de sintonización de frecuencia en los dos puntos críticos de la expresión (2.49) están relacionados mediante $\delta_1 = -\delta_2$

La frecuencia de resonancia se puede determinar fácilmente mediante,

$$(2.53) \quad \omega_0 = \frac{(\omega_1 + \omega_2)}{2}$$

4. Determinación de la incertidumbre de la medición

El Método de Monte Carlo (MMC) es reconocido como una guía práctica para la estimación de la incertidumbre por el Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM) y el Bureau International des Poids et Mesures (BIPM) y ha sido incluido en la Guía para la Medición de la Incertidumbre (GUM, de sus siglas en inglés, Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement) como suplemento desde el 2008 [54] [55] [56] [57] [58]. En este trabajo se utilizó el MMC para estimar la incertidumbre en la medición de la permitividad dieléctrica compleja mediante el uso de un resonador dieléctrico blindado. El modelo matemático para la determinación de ε es el descrito en la Sección 2.2.

La bondad y la viabilidad de cualquier método de caracterización electromagnética está determinada en parte por el conocimiento de cómo la incertidumbre de medición afecta los valores de medición de sus propiedades. Por lo tanto, con el fin de cuantificar la incertidumbre en las mediciones de permitividad compleja, las fuentes de incertidumbre se deben identificar y modelar dentro de un proceso de medición.

Algunas de las fuentes de incertidumbre se asocian a factores geométricos, tales como tamaño del resonador y espesor de la muestra. Estos errores se pueden controlar mediante la realización de medidas muy cuidadosas de los parámetros de entrada y por la construcción cuidadosa del resonador blindado. Sin embargo, una limitación fundamental de cualquier método es la precisión del Analizador Vectorial de Redes (VNA, de sus siglas en inglés). La sensibilidad de la magnitud sometida a medición respecto a las magnitudes de entrada deben conocerse con el fin de determinar las condiciones en las que se podrá utilizar eficazmente un determinado método [59] [60].

La estimación de la incertidumbre en las mediciones de permitividad compleja es un reto que se ha abordado mediante un enfoque simplificado [44] [59] en el que por lo general se asume que todas las contribuciones no están simétricamente correlacionadas y se combinan en un modelo lineal o linealizado utilizando la ley de propagación de errores en el marco de la Guía para la Expresión de la Incertidumbre de la Medida, GUM [61]. Estas suposiciones pueden afectar la confiabilidad de los resultados, y por lo tanto, es aconsejable utilizar métodos alternativos, tales como el método de Monte Carlo, para el cálculo y validación de incertidumbre de la medición. Hoy en día, el método de Monte Carlo (MCM) es reconocido como una alternativa práctica por el Comité Conjunto de Guías en Metrología (JCGM) de

la Oficina Internacional de Pesos y Medidas (BIPM) y ha sido incluido en la GUM como suplemento a partir del año 2008 [57]. Ha sido ampliamente utilizado en muchas disciplinas científicas, como la metrología, geodesia, la óptica, la hidrología, la electrónica, la mecánica estructural, compatibilidad electromagnética y otros [61] [62] [63] [64] [65]

En general, la relación funcional (es decir, la medición o ecuación modelo) entre el mensurando (cantidad destinada a medirse) Y y un conjunto de magnitudes de entrada $\{X_1, X_2, \dots, X_N\}$ determinado en un proceso de medición está dada por,

$$(2.54) \quad Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N).$$

El modelo de medición f incluye correcciones para los efectos sistemáticos y explica las fuentes de variabilidad, tales como las causadas por diferentes observadores, instrumentos, muestras, laboratorios y horas en que se realizan las observaciones. Por lo tanto, la relación funcional general expresa no sólo una ley física, sino también un proceso de medición. Algunas de estas variables se pueden controlar directa o indirectamente, otras pueden ser observadas pero no controlada y, algunas otras ni siquiera se pueden observar.

Una estimación del mensurando Y , denotado por y , se obtiene a partir de (2.54) utilizando estimaciones de entrada $\{x_1, x_2, \dots, x_N\}$ para los valores de las magnitudes $N \{X_1, X_2, \dots, X_N\}$. Así, la estimación de la salida y , el resultado de la medición, está dada por,

$$(2.55) \quad y = f(x_1, x_2, \dots, x_N).$$

La desviación estándar estimada asociada con la estimación de la salida o resultado de la medición y , se define como la incertidumbre estándar combinada y denotada por $u_c(y)$, y se determina a partir de la desviación estándar estimada asociada a cada estimación de entrada x_i . Se denomina incertidumbre estándar y se denota por $u(x_i)$ [57].

Cada estimación de entrada x_i y su incertidumbre asociada estándar $u(x_i)$ se obtienen a partir de una distribución de posibles valores de la magnitud de entrada x_i . Esta distribución de probabilidad puede ser determinada experimentalmente, es decir, sobre la base de una serie de observaciones $X_{i,j}$ de X_i , o puede ser una distribución conocida a priori. Las evaluaciones Tipo A de las componentes de la incertidumbre estándar se basan en distribuciones de frecuencia, mientras que las evaluaciones de tipo B se basan en distribuciones conocidas a

priori. Se debe reconocer que en ambos casos, las distribuciones son modelos que se utilizan para representar el estado de nuestros conocimientos [57].

En las técnicas de Monte Carlo, a la vez, el azar y los componentes sistemáticos de la incertidumbre son tratados como si tuvieran un carácter aleatorio. Es importante notar que el componente sistemático no se modela como aleatorio; es el conocimiento sobre el mismo con el que se introduce una distribución de probabilidad [55].

El método en general consiste básicamente en generar aleatoriamente un número M de ensayos (es decir, el número de evaluaciones realizadas al modelo) en donde la función de distribución de la cantidad de salida, Y , es numéricamente modelada. Se supone además que las densidades de probabilidad de las magnitudes de entrada son conocidas a priori. De esta manera, se pueden extraer varios vectores muestras de las magnitudes de entrada utilizando generadores de números pseudo aleatorios. Para cada vector muestra de entrada, los valores correspondientes de las magnitudes de salida se calculan utilizando la relación funcional correspondiente. Del conjunto de vectores muestras de la salida se obtiene una distribución empírica que se puede utilizar para aproximar la distribución de probabilidad de dicha salida. Todas las medidas requeridas (valor esperado, la varianza y covarianzas), así como los momentos centrales de orden superior tales como la asimetría y kurtosis se pueden derivar [61]. Antes de aplicar el MCM, las condiciones de aplicación válidas deben ser verificadas [55]. Se recomienda el uso de $M \geq 10^6$ para estimar un 9% intervalo de cobertura para la cantidad de interés de tal manera que esta longitud sea correcta a uno o dos dígitos decimales significativos [55].

El Método de Monte Carlo puede ser resumido de la siguiente manera,

- (1) Debe haber un conjunto N de parámetros de entrada $\{x_1, x_2, \dots, x_N\}$, los cuales representan variables aleatorias distribuidas de acuerdo a una función de densidad de probabilidad asignada a cada parámetro de entrada. Este proceso debe ser repetido M veces para cada parámetro de entrada.
- (2) Se evalúa la relación funcional que modela el sistema de edición para obtener la salida,

$$(2.56) \quad y_j = f(x_{1,j}, x_{2,j}, \dots, x_{N,j}),$$

para $j = 1, 2, \dots, M$. De toda la muestra, es posible estimar la función de densidad de probabilidad para la salida y

- (3) Ahora los parámetros relevantes de cualquier conjunto estadístico pueden ser calculados (promedio, varianza, sesgo y kurtosis entre otros).
- (4) El vector salida $\{y_1, y_2, \dots, y_N\}$ se ordena en orden ascendente para obtener el vector $\tilde{y} = \{\tilde{y}_1, \tilde{y}_2, \dots, \tilde{y}_N\}$.
- (5) El intervalo de confianza $[\tilde{y}_r, \tilde{y}_s]$ se encuentra aproximadamente a través de (2.57) y (2.58) [66]:

$$(2.57) \quad r = \text{round}((M + 1)\gamma),$$

$$(2.58) \quad s = \text{round}((M + 1)(1 - \gamma)),$$

donde, γ es el nivel de significado ($\gamma = 0,025$ para 95 % de confiabilidad) y la función $\text{round}(x)$ se utiliza para representar el entero más cercano a x .

4.1. Proceso de medición. La metodología de medición es la siguiente: primero se miden Q_u y f con la cavidad resonante vacía y luego con la barra dieléctrica en el centro de la misma. Las mediciones se realizan con un VNA. Esta información se utiliza en (2.30) y (2.32) para calcular numéricamente la permitividad dieléctrica relativa y en (2.36) y (2.37) para calcular la tangente de pérdidas. Sin embargo, los resultados de la medición son confiables sólo si en el proceso de medición se cumple que [67]:

- Las pérdidas de la cavidad sin carga, es decir, sin muestra, son muy bajas, es decir, $15000 \leq Q_u \leq 30000$.
- La muestra es homogénea y no tiene pérdidas magnéticas.
- Las pérdidas dieléctricas no afectan significativamente la frecuencia de resonancia, es decir, $\tan(\delta_d) \leq 0,1$.

Finalmente, es importante señalar que este tipo de cavidades puede ser excitada por diferentes modos. La selección del modo de operación debe tener en cuenta el tipo de medida requerida (permitividad o permeabilidad) a fin de seleccionar la geometría del campo magnético o eléctrico más adecuada para la interacción óptima con la muestra.

Por último, el modo seleccionado debe ser fácil de reconocer de acuerdo a los otros modos contiguos de resonancia, permitiendo además una rápida identificación cuando se coloque la

muestra a caracterizar. En nuestro caso, el modo TE_{011} , permite una rápida identificación en el barrido de frecuencias realizado con el analizador vectorial de redes.

Teniendo en cuenta las consideraciones anteriores, ahora procedemos a identificar las fuentes importantes de incertidumbre que contribuyen a la incertidumbre general de los resultados experimentales.

4.2. Fuentes de incertidumbre. Las variables necesarias para la determinación de la permitividad dieléctrica se ven afectadas principalmente por las contribuciones de incertidumbre siguientes: a) la precisión de los instrumentos utilizados en las mediciones, b) la influencia de la resolución del instrumento de medición y c) la repetibilidad de los resultados. En cada iteración Monte Carlo, la combinación de todos los factores de incertidumbre mencionados asociados a las especificaciones nominales se trata como un error de medición. Un resumen de las fuentes de incertidumbre en las mediciones de permitividad compleja por la técnica de resonador dieléctrico apantallado se muestra en la tabla 2 [68] [65].

Los errores asociados a las mediciones de las dimensiones de la cavidad, e_d , e_a y e_b , se obtiene por la suma del error relacionado con la precisión del instrumento de medición, E_α , el error relacionado con la resolución del instrumento de medición, e_r , y otros errores que afectan a la repetibilidad, e_o . Las contribuciones a las incertidumbres debidas a E_α y e_r se definen en términos del error máximo permitido (Maximum Available Error, MAE) y la división de la escala (Scale Division, SD), respectivamente. Por lo tanto, las funciones de densidad de probabilidad de E_α , $f(E_\alpha)$ y e_r , $f(e_r)$, están dadas por,

$$(2.59) \quad f(e_\alpha) = \begin{cases} \frac{1}{\text{MAE}} & \text{para } -\frac{\text{MAE}}{2} \leq e_\alpha \leq \frac{\text{MAE}}{2} \\ 0 & \text{para } e_\alpha < -\frac{\text{MAE}}{2} \text{ or } e_\alpha > \frac{\text{MAE}}{2} \end{cases},$$

y,

$$(2.60) \quad f(e_r) = \begin{cases} \frac{4}{\text{SD}^2}e_r + \frac{2}{\text{SD}} & \text{para } 0 \leq e_r \leq \frac{\text{SD}}{2} \\ -\frac{4}{\text{SD}^2}e_r + \frac{2}{\text{SD}} & \text{para } -\frac{\text{SD}}{2} \leq e_r < 0 \\ 0 & \text{para } e_r < -\frac{\text{SD}}{2} \text{ or } e_r > \frac{\text{SD}}{2} \end{cases}.$$

TABLA 1. Fuentes de incertidumbres en la medición de la permitividad compleja mediante un resonador dieléctrico blindado.

Factor	Error	Fuente de incertidumbre	Tipo de evaluación	Probabilidad Distribución	Parámetro
d	e_d	Exactitud	B	Uniforme	MAE
		Resolución	B	Triangular	SD
		Repetibilidad	A	Normal	s_o
a	e_a	Exactitud	B	Uniforme	MAE
		Resolución	B	Triangular	SD
		Repetibilidad	A	Normal	s_o
b	e_b	Exactitud	B	Uniforme	MAE
		Resolución	B	Triangular	SD
		Repetibilidad	A	Normal	s_o
f	e_f	Calibración	B	Normal	U_{cal}
		Resolución	B	Uniforme	SF

La variable e_o se modela como una variable aleatoria con distribución normal, media cero y una desviación estándar estimada, s_o , donde s_o se calcula a través de la medición repetida de la longitud de d , a , y B .

Por otro lado, e_f se obtiene como la suma del error relacionado con la precisión de la calibración del VNA, E_{cal} , y el error debido al redondeo del valor de la frecuencia medida en unidades de gigahertz a la tercera cifra significativa, e_{SF} . E_{cal} se modela como una variable aleatoria no sesgada de la distribución normal con una desviación estándar igual a σ_{cal} , donde σ_{cal} (incertidumbre estándar) se obtiene del certificado de calibración del VNA como la incertidumbre expandida reportada, U_{cal} , dividido por el factor de cobertura, k (generalmente $k = 2$ para un 95% de nivel de confianza). De la misma manera, e_{SF} se modela como una variable aleatoria uniformemente distribuida tomando valores dentro de $-500kHz \leq e_{SF} \leq 500kHz$. Con el fin de reducir la influencia de la repetibilidad en las mediciones de

la frecuencia, se recomienda configurar el VNA para realizar el cálculo del promedio de las lecturas automáticamente.

Además, el efecto de la separación entre el dieléctrico central y la tapa de la cavidad, no es una fuente de incertidumbre debido a la distribución acimutal del campo eléctrico que caracteriza a los modos TE_{01n} [67] lo que permite que esta separación de aire o afecte la medición. Otro efecto secundario se relaciona con la posible falta de alineación entre el eje vertical de la barra dieléctrica con respecto al eje vertical del cilindro metálico. Simulaciones previas, utilizando un programa de solución de elementos finitos, revelaron que esta fuente de incertidumbre no es significativa cuando esta desalineación sea menor de un milímetro, ya que el error implicado es más pequeño que los errores numéricos efectuados en el cómputo de la solución.

Finalmente, existen otros factores que podrían contribuir a la incertidumbre en las mediciones de la permitividad compleja, tales como la heterogeneidad de la muestra y la excentricidad de las paredes de la cavidad. En este trabajo no consideramos los factores anteriores, suponiendo que la muestra está bien preparada y que la cavidad ha sido cuidadosamente construida.

4.3. Proceso de medición. Para la estimación de la incertidumbre en las mediciones permitividad compleja obtenida mediante un resonador dieléctrico blindado, comenzamos por analizar el proceso de medición de acuerdo con la formulación discutido en la Sección 2. A partir de un conjunto de especificaciones conocidas como las propiedades electromagnéticas del dieléctrico bajo prueba, dimensiones de la cavidad (diseñados para resonar aproximadamente a una frecuencia deseada para el modo seleccionado) y de la conductividad de la pared de metal, los resultados esperados de la medición directa de la frecuencia de resonancia, las frecuencias superior e inferior de 3 dB y el factor de calidad se muestran en la figura 2.5.

Los errores aleatorios asociados a las contribuciones a la incertidumbre de cada factor de influencia se añaden a las especificaciones nominales con el fin de calcular los nuevos resultados de medición directa (f_m , f_{um} y f_{lm}) y, en consecuencia los resultados de la medición indirecta de ϵ'_{1m} y $\tan(\delta_d)$ son variables aleatorias cuya función de densidad de probabilidad (PDF) es desconocida. Los errores se generan utilizando los generadores de números pseudo-aleatorios incluidos en MATLABTM, ya que cumplen con los requisitos del Método de Monte Carlo como se menciona en la sección 4. Las figuras 2.6 y 2.7 muestran las relaciones

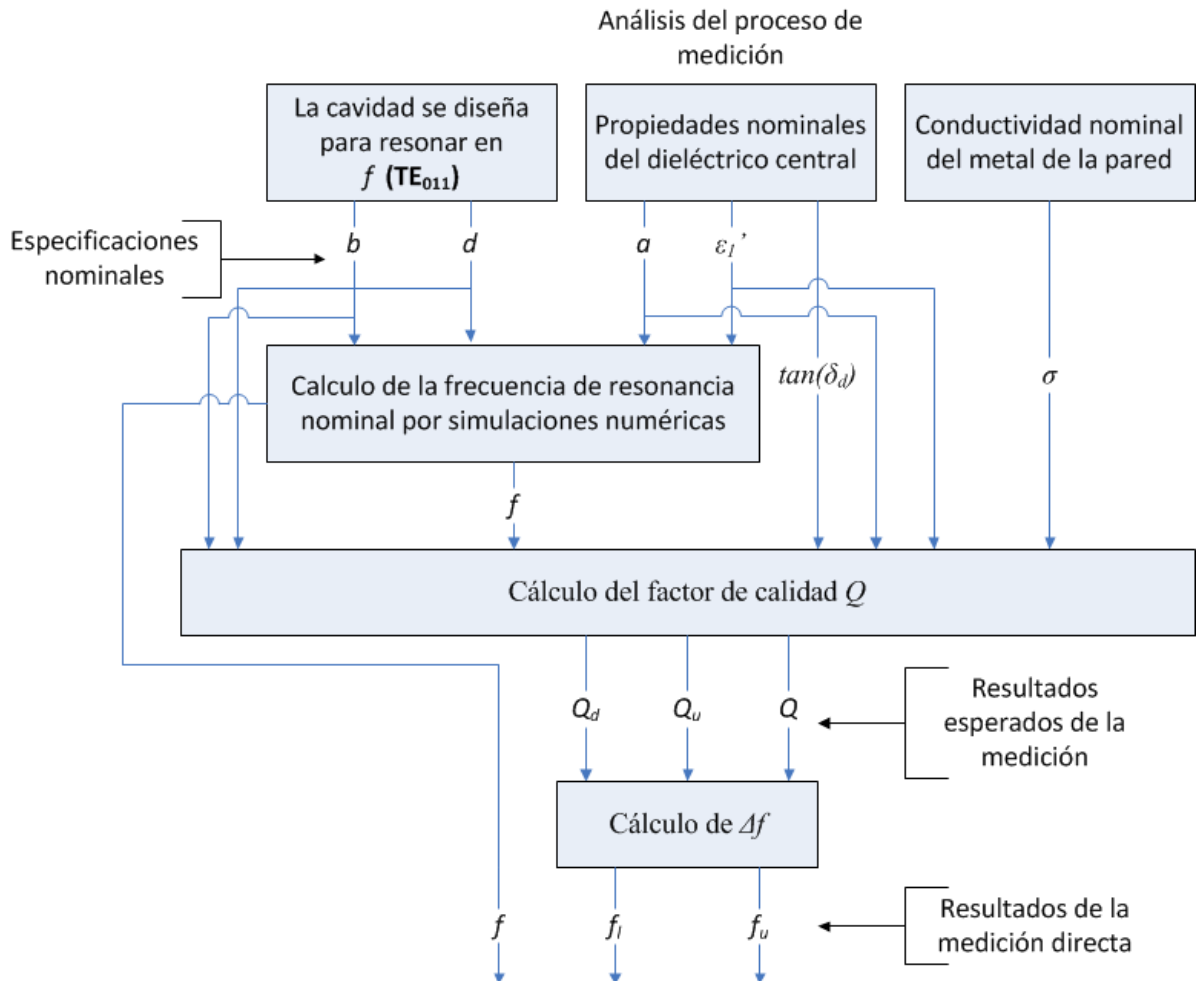


FIGURA 2.5. Proceso de medición. Se indican las dimensiones nominales de diseño de la cavidad, radio b y altura d . La cavidad está hecha de un material con conductividad conocida σ_f . El dieléctrico central tiene propiedades ϵ_r' y $\tan(\delta_d)$. Se resuelven numéricamente (2.30) y (2.32) para determinar los resultados esperados de la medición de la frecuencia de resonancia de la cavidad y la calidad del sistema.

entre los errores en el proceso de medición y la determinación de la permitividad real y la tangente de pérdidas. En ambos procesos se generan errores pseudoaleatorios que se suman a los valores nominales y a las mediciones directas de frecuencias realizadas con el VNA como consecuencia de la incertidumbre en el conocimiento de dichas magnitudes. Estas variaciones afectan el conocimiento de la variable de salida que se desea conocer como la permitividad dieléctrica del material central y la tangente de pérdidas.

Es importante notar que la frecuencia de la cavidad resonante depende de las variaciones en las dimensiones de la cavidad con respecto a los nominales. La frecuencia de resonancia medida también se ve afectada por los errores de medida del equipo utilizado, en nuestro caso, un VNA. Estas fuentes de incertidumbre afectan a los resultados experimentales, ε_{1m} y $\tan(\delta_{dm})$, de una manera que sólo puede ser evaluada después de un gran número de iteraciones.

5. Teoría de permitividades dieléctricas efectivas para mezclas

Un tópico ampliamente tratado en lo que refiere al comportamiento físico de materiales heterogéneos (mezclas) es el cálculo de su permitividad dieléctrica a partir del conocimiento de la permitividad de cada medio que compone la mezcla así como sus propiedades estructurales (porcentaje de composición cada medio, geometrías y posiciones relativas de las partes individuales, etc.). Los componentes se tratan como medios lineales isotrópicos que se combinan para formar mezclas igualmente lineales. En la literatura existe una gran número de expresiones analíticas que permiten determinar indirectamente la permitividad efectiva del medio efectivo formado como una función de la permitividad dieléctrica de sus componentes homogéneos y algún parámetro estequiométrico. Cada una de estas relaciones ofrece resultados correctos para un tipo particular de estructura o, en otras palabras, para un tipo de morfología definida del material compuesto.

En una revisión de las propiedades dieléctricas de mezclas heterogéneas, Van Beek [69] discute un largo número de ecuaciones para constantes dieléctricas. Él encuentra que las formulas más utilizadas son las proporcionadas por Bruggeman [18] [70] [71]. Suponiendo que el medio combinado tiene una permitividad dieléctrica efectiva, ε , y está dado por un material de volumen 1, V_1 , con una permitividad dieléctrica real, ε_1 , que suspende esferas de un material 2 que ocupa un volumen 2, V_2 , con una permitividad dieléctrica real, ε_2 , entonces de acuerdo a Bruggeman,

$$(2.61) \quad v_2 = 1 - \frac{\varepsilon_2 - \varepsilon}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \left(\frac{\varepsilon_1}{\varepsilon} \right)^{1/3}$$

Donde v_1 y v_2 son las fracciones del volumen total que ocupa cada medio, de modo que $v_1 + v_2 = 1$.

Bruggeman también propone una aproximación similar para cilindros concéntricos dada por,

$$(2.62) \quad v_2 = 1 - \frac{\varepsilon_2 - \varepsilon}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \left(\frac{\varepsilon_1}{\varepsilon} \right)^{1/2}$$

Esta última relación es perfectamente aplicable al sistema experimental propuesto en este desarrollo y es el que será utilizado para determinar las propiedades del crudo pesado tomando como medio externo la probeta de cuarzo.

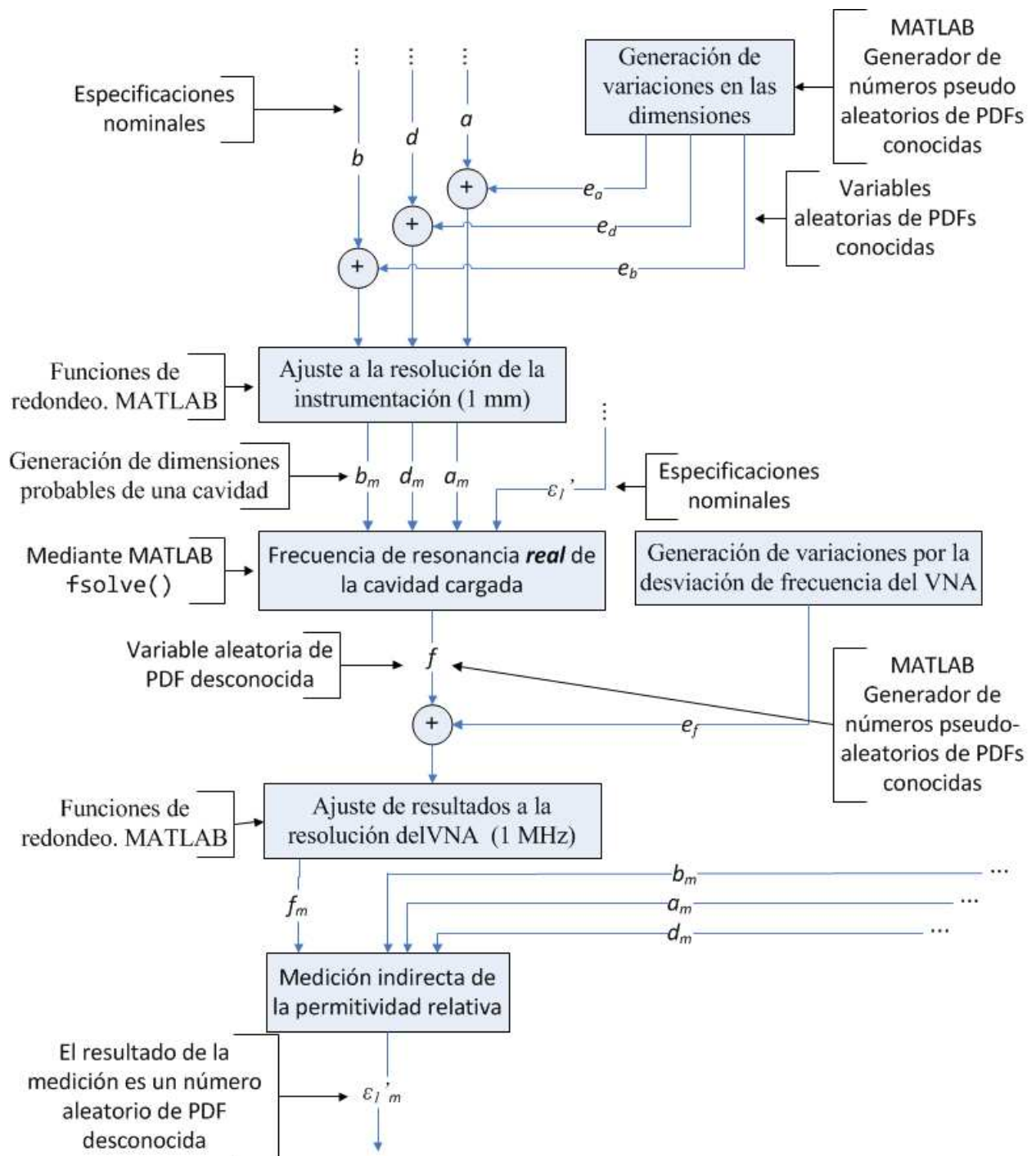


FIGURA 2.6. Modelo para la Medición de ϵ'_{1m} . A las especificaciones dimensionales nominales se les adicionan números pseudoaleatorios (e_a , e_d y e_b) con distribuciones de probabilidad específicas. Estas variaciones producen variaciones en el valor esperado de la medición frecuencia de resonancia, al cual también se le adicionan otros errores debido a que afectan la determinación indirecta de la permitividad dieléctrica real.

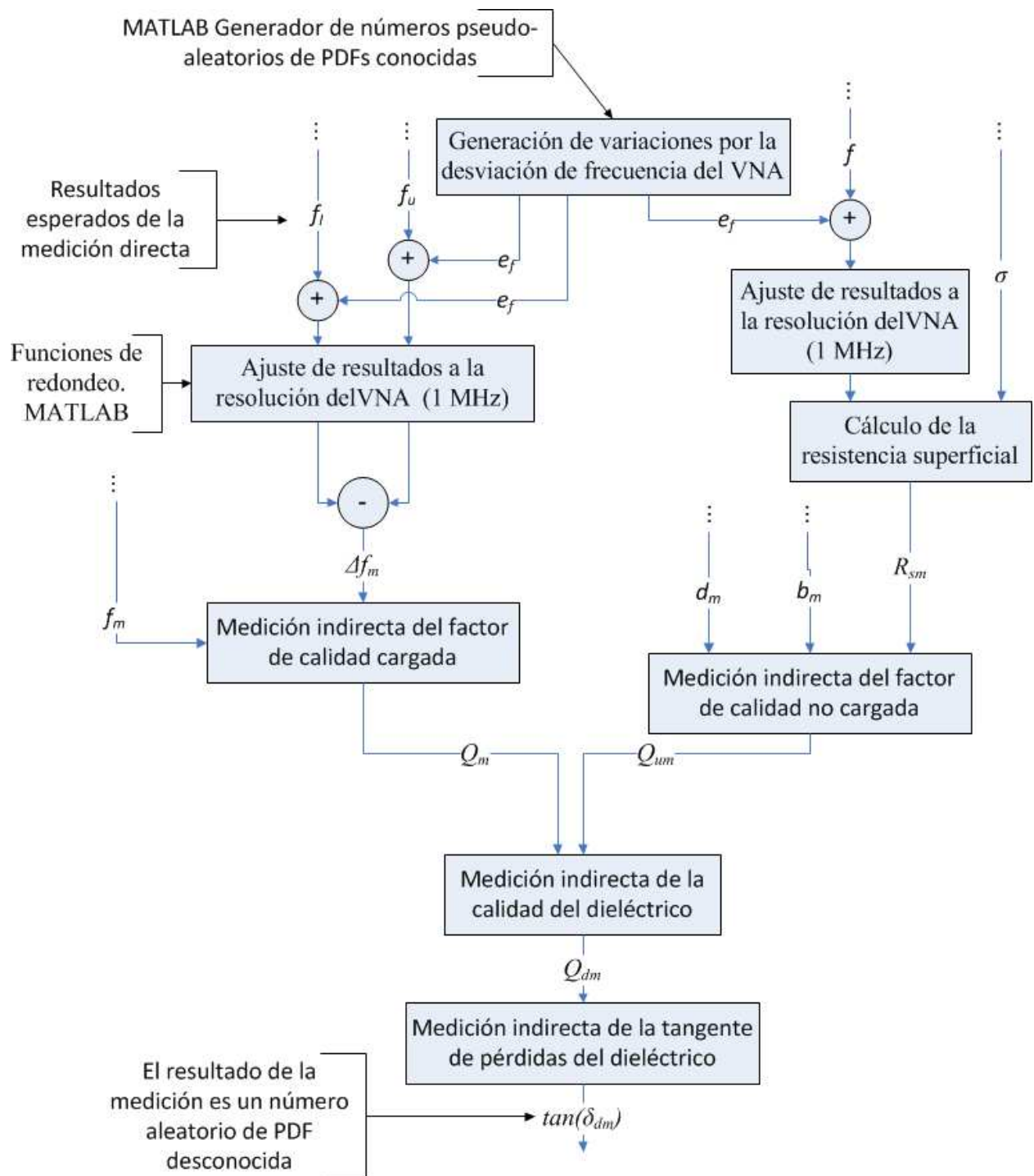


FIGURA 2.7. Modelo para la Medición de $\tan(\delta_{dm})$. Aplica el mismo análisis de la figura anterior. Sobre las mediciones directas de las frecuencias f_u y f_l se le adicionan los errores cometidos en su medición con una distribución de probabilidad definida.

Metodología

1. Diseño de una cavidad resonante cilíndrica.

El diseño de una cavidad resonante requiere definir, en primer lugar, la frecuencia principal de trabajo y en segundo lugar, el parámetro electromagnético de la materia que se desea determinar: permitividad dieléctrica o permeabilidad magnética. No se pueden conocer ambos al mismo tiempo [29] [13] [19]. Una vez definido lo anterior se está en capacidad de determinar inequívocamente el modo de excitación de la cavidad (TE o TM) y las dimensiones específicas para una geometría dada (circular cilíndrica, rectangular o cualquier otra forma regular). En nuestro caso hemos optado por una geometría circular cilíndrica por la facilidad de su mecanizado y que nos permitirá determinar de forma sencilla la solución cerrada de las ecuaciones de campo electromagnético para la configuración experimental de interés [29] [42].

La selección de una geometría circular cilíndrica y el modo de trabajo TE_{011} se basa en el hecho de que:

- (1) El mecanizado de una pieza cilíndrica a partir de un bloque de material en tornos de control numérico es sencillo.
- (2) Debido a que tenemos interés en conocer la permitividad dieléctrica compleja de crudos, el modo TE_{011} concentra en un anillo concéntrico de la cavidad la mayor intensidad de campo eléctrico, permitiendo una mejor interacción con la muestra de crudo pesado confinada en una probeta.
- (3) Debido a la simetría de la geometría circular es muy sencillo ubicar en el centro de la cavidad la probeta de cuarzo llena de crudo pesado.
- (4) Una cavidad resonante con geometría cilíndrica no permite modos degenerados (modos con la misma frecuencia) por lo que no habrá confusión al momento de identificar el modo TE_{011} . Esto es siempre deseable a fin de no cometer errores en los cálculos

numéricos y en la correcta identificación de la frecuencia de resonancia y la calidad del sistema

- (5) En general, la presencia de un dieléctrico dentro de la cavidad reduce la frecuencia de resonancia de trabajo. Esto ocurre en la medida que su volumen ocupado sea mayor; por ésta razón es preferible confinar la muestra a un cilindro central de diámetro reducido para no modificar considerablemente la frecuencia de la caracterización.
- (6) Los modos TE son ampliamente recomendados por laboratorios de reconocida trayectoria en la medición de parámetros electromagnéticos de materiales principalmente debido a que ofrecen una menor incertidumbre en la medida.
- (7) Una cavidad cilíndrica ofrece una relación volumen-área superficial mayor que una cavidad rectangular, con lo que se puede almacenar más energía electromagnética con menos pérdidas por efecto Joule en las paredes de la cavidad, logrando así factores de calidad más altos.

En las siguientes dos secciones se discutirá con mayor profundidad la selección del modo de trabajo y los detalles de la construcción de la cavidad respectivamente.

1.1. Selección de los modos de trabajo. El modo de trabajo debe ser elegido en función de dos consideraciones. La primera va a depender del parámetro electromagnético de la materia que se quiere determinar. Es decir, si se va a determinar la permitividad dieléctrica, deben elegirse aquellos modos cuya distribución espacial del campo eléctrico proporcione una mayor interacción con el material a caracterizar y lo propio para el campo magnético y la permeabilidad magnética. Usualmente la muestra va colocada en el centro del recinto blindado de modo que es en la zona central del cilindro donde debe ubicarse la mayor intensidad del campo de nuestro interés. Esto se simplifica considerablemente para nuestra configuración, donde la muestra es concéntrica al cilindro conductor (cavidad), así pues se ha seleccionado el modo TE_{011} donde sólo existe la componente azimutal del campo eléctrico, siendo éste máximo en un anillo concéntrico de la cavidad como se ilustra en la Figura [3.1](#). Muchas veces es deseable que la interacción del campo con la muestra se dé en una sola de sus componentes vectoriales, de este modo se reducen las fuentes de incertidumbre debido a imperfecciones geométricas en la preparación de la muestra. Esto sucede con el modo TE_{011} y debido a que no existe componente de \mathbf{E} en la dirección \mathbf{z} las separaciones entre el cilindro central y la tapa o piso del cilindro no afectarán notablemente la lectura de la permitividad

TABLA 1. Dimensiones para una cavidad resonante circular cilíndrica. Modo TE_{011}

	Diametro [mm]	Altura [mm]
TE 011	140,0	35,1

dieléctrica. Lo último es recomendable debido a que la imprecisión en la preparación de la muestra respecto a su altura no representará una fuente de incertidumbre que afecte nuestra medición [72] [73] [74] [75].

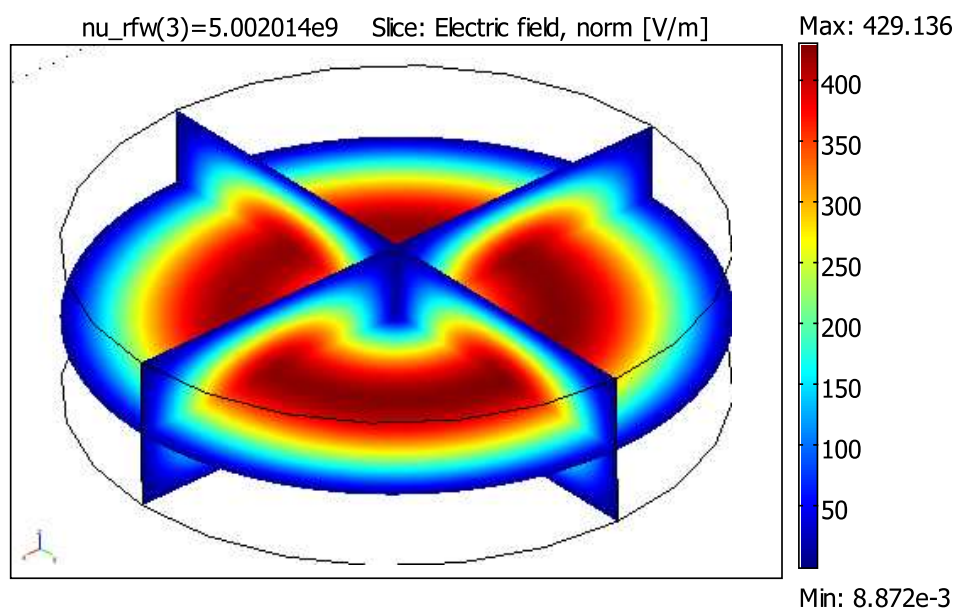


FIGURA 3.1. Distribución espacial de la magnitud del campo eléctrico total para el modo TE_{011}

Mediante cálculos sencillos, como se vio en el capítulo anterior, se han determinado las dimensiones que debe tener una cavidad circular cilíndrica para que resuene con el modo TE_{011} en 5,000 GHz que es donde se centra nuestro interés. A continuación se muestran en el Cuadro 1 las dimensiones para una cavidad resonante circular cilíndrica en 5,000 GHz en el modo TE_{011} .

Dadas estas dimensiones se pueden conocer por tanto todos los demás modos resonantes del tipo Transversal Eléctrico. Se puede observar como el modo más cercano al de trabajo

está aproximadamente a una distancia de 100 MHz , suficientemente bien espaciado como para diferenciarlos en una gráfica del parámetro de dispersión S_{11} .

Una vez diseñada la cavidad para el modo TE_{011} , existen en la misma un número infinito de otros modos que pueden ser utilizados para caracterizar materiales. De este manera, se seleccionó el modo TE_{021} , en $6,301\text{ GHz}$, debido a su fácil identificación y separación de otros modos resonantes.

1.2. Proceso de construcción. Lo ideal para construir una cavidad es utilizar excelentes conductores como el cobre, la plata y el oro que tienen una alta conductividad permitiendo incrementar así el factor de calidad del sistema. Obviamente, existen limitaciones económicas e incluso de disponibilidad de materiales en el mercado que impiden la procura de un trozo cilíndrico macizo lo suficientemente grande de estos materiales para mecanizar la cavidad de acuerdo a las Figuras 3.2 y 3.3. Afortunadamente existen otros materiales que resultan ser buenos conductores y se encuentran disponibles en las dimensiones que se requieren. En nuestro caso hemos utilizado Duraluminio que consiste en una aleación de aluminio, cobre al $2,5 - 4,5\%$, silicio al $0,3 - 0,9\%$, magnesio al $0,3 - 1,0\%$ y manganeso al $0,5 - 0,8\%$. La ventaja de esta aleación sobre el aluminio convencional es que posee una dureza mayor de $85 - 142\text{ kg/mm}^2$ lo que permite un mejor mecanizado en tornos industriales evitando las deformaciones y las irregularidades de la muestra.

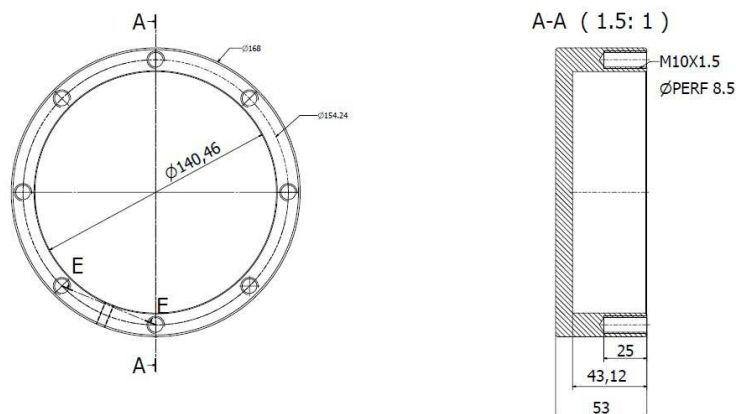


FIGURA 3.2. Diagrama del cuerpo de la cavidad.

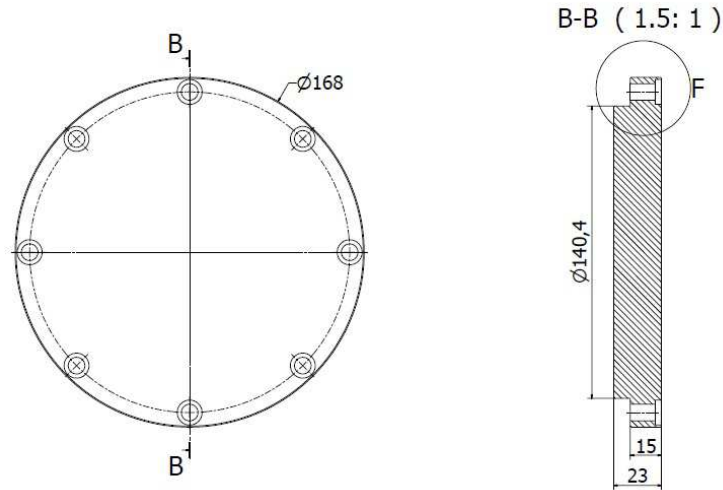


FIGURA 3.3. Diagrama de la tapa de la cavidad.

Para la construcción de la cavidad se ha utilizado un torno de control numérico marca Mori Seiki SL-25M con resolución de una décima de milímetro. En la Figura 3.4 se muestra una imagen referencial del proceso de mecanizado. Las dimensiones finales después del mecanizado fueron $140 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ de diámetro y $36 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ de altura. La nueva frecuencia de resonancia teórica de acuerdo a estas dimensiones es de $4,9153 \text{ GHz}$. La frecuencia de resonancia obtenida experimentalmente fue de $8,8806 \text{ GHz}$. Debido a la imprecisión del torno numérico es válido realizar ajustes en la altura de la cavidad añadiendo más decimales en el código de modo que la frecuencia calculada teóricamente coincida con la medida experimentalmente. La altura correcta fue de $36,36 \text{ mm}$ para dar una frecuencia de resonancia de $8,8804 \text{ GHz}$. Obviamente, esta imprecisión en la altura de la cavidad no puede ser proporcionada por el torno numérico ni por el vernier utilizado en la medición directa de la altura, de modo que queda justificado realizar este ajuste en el código para evitar errores numéricos en la determinación de las propiedades dieléctricas del crudo pesado.

En la Figura 3.5 se muestra la cavidad acabada sin el circuito excitador.

La rosca del conector se realizó con ayuda de una mecha especial de diámetro $1/4''$ y 36 hilos por pulgada. Se ha utilizado un conector tipo SMA hembra al cual se le ha conectado un circuito tipo 'loop' como excitador de la cavidad. En la siguiente sección se discutirá este circuito excitador con más detalle.

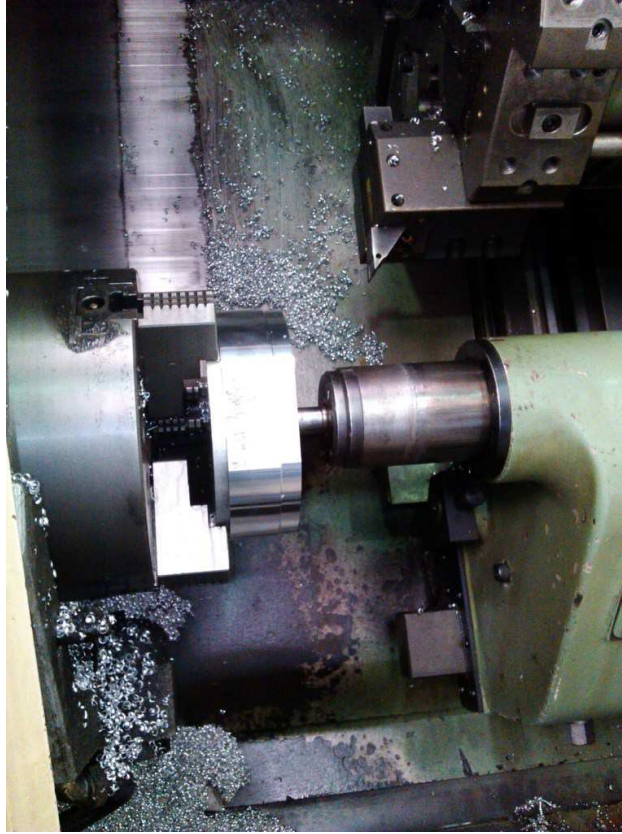


FIGURA 3.4. Mecanizado de la cavidad.

2. El circuito excitador.

El circuito excitador de una cavidad resonante implica una selección compleja. Existen principalmente tres formas para llevar la energía electromagnética del medio guiado, como puede ser una guía de ondas coaxial o hueca, al espacio interior de la cavidad resonante. Éstas son: una sonda tipo dipolo, una sonda tipo “loop” o mediante un iris (abertura) en la superficie de la cavidad. Éste último usualmente es empleado cuando la conexión entre la cavidad y el equipo generador son guías de ondas huecas.

En nuestro trabajo se ha utilizado un excitador tipo anillo o “loop” debido a que el modo que se quiere excitar sólo tiene componente de campo magnético \mathbf{H} en el eje \mathbf{z} , lo cual es muy sencillo de generar con una espira de alambre de cobre soldándolo a la pared de la cavidad de modo tal que el plano del excitador tipo lazo quede paralelo a la base o tapa de la cavidad. De este modo se genera un campo magnético en la dirección \mathbf{z} deseada excitando sólo los modos tipo TE .



FIGURA 3.5. Cavidad resonante.

Existen en la literatura algunos modelos teóricos que permiten conocer la eficiencia de radiación y la impedancia de entrada de circuitos excitadores de cavidades [76] [29]. Cada uno de ellos limitado a la geometría particular del estudio debido a las aproximaciones y simplificaciones analíticas que deben realizarse para hallar finalmente una solución. En este sentido, dimensionar adecuadamente un circuito excitador no escapa de la metodología empírica, por suerte, son pocas las variables que se pueden modificar.

La configuración tipo 'loop' tienen ligeras variaciones, como se indica en la figura 3.6. De todas ellas la que demuestra tener un ancho de banda mejor es la del tipo semi-anillo (b) y fue la configuración utilizada en este desarrollo [29] [19]. El diámetro que tuvo un mejor desempeño para la frecuencia de trabajo fue de 1 *cm* aproximadamente lo más delgado posible asegurando un buen contacto con el pin del conector SMA tipo "hembra" en la pared de la cavidad como se ilustra en la Figura 3.7.

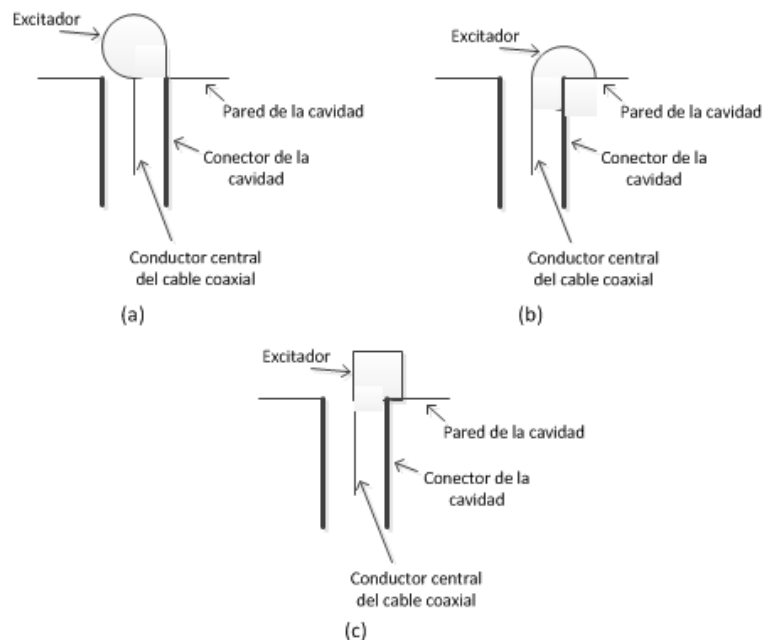


FIGURA 3.6. Configuraciones de excitación tipo "loop". (a) Configuración circular. (b) Configuración semi-círculo. (c) Configuración rectangular. El excitador hace contacto con el conductor central del cable coaxial que viene del VNA por medio del conector

3. Arreglo experimental.

En la Figura 3.8 se muestra un diagrama general del sistema experimental utilizado para la caracterización de crudo pesado. El Analizador Vectorial de Redes (VNA, de sus siglas en inglés) es un equipo Anritsu, modelo 37269D, $40\text{MHz} - 40\text{GHz}$, el soporte utilizado fue una mesa de madera seca para evitar acoplamientos parásitos con las potenciales fugas de la cavidad. Se utilizó un cable coaxial de bajas pérdidas y una probeta de cuarzo al 99% de pureza como contenedor del crudo pesado.

Las probetas usadas tienen un diámetro interno de 30mm y diámetro externo de 34mm . Hay un aspecto importante que debe ser mencionado en este punto. Ella debe ser de un material con pérdidas lo suficientemente baja que permita discriminar las pérdidas correspondientes al crudo pesado en las mediciones, del cual se sospecha que es de muy bajas pérdidas [5]. A su vez la probeta no puede ser de un diámetro muy pequeño ya que habría poca interacción del campo eléctrico con el crudo complicando la confiabilidad de las mediciones tanto de la parte real como de la imaginaria. Por otro lado, el diámetro de la probeta

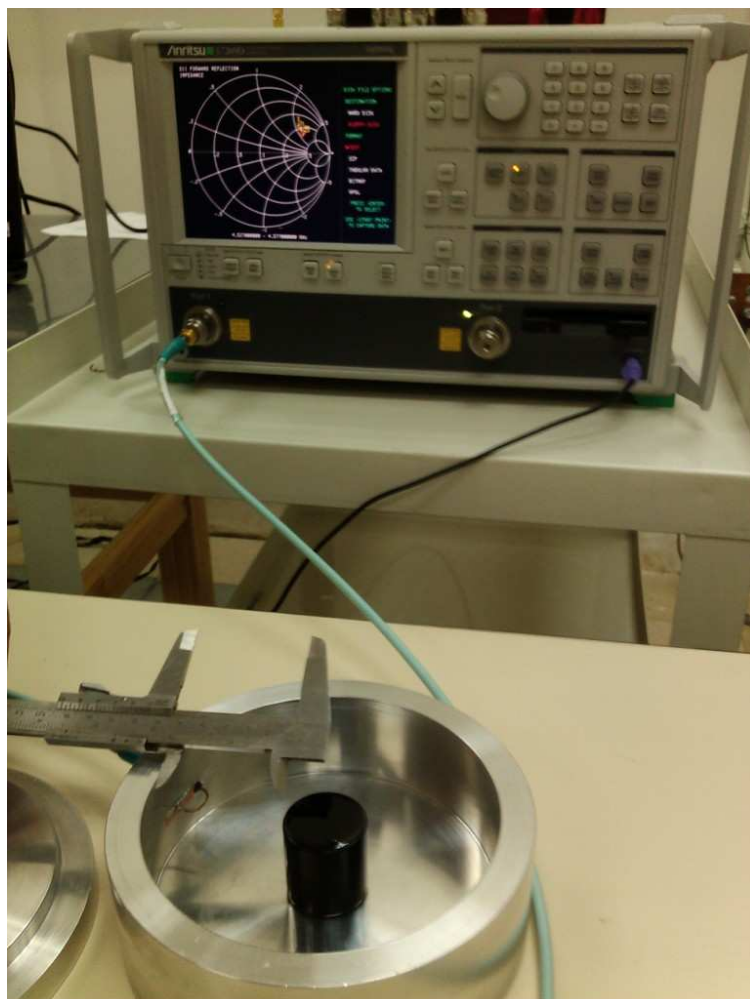


FIGURA 3.7. Ilustración del circuito excitador de la cavidad resonante.

no puede ser exageradamente grande debido a que el rango válido de medición de permitividades dieléctricas se reduce, corriendo el riesgo de que el modo TE_{011} para la cavidad vacía deje de ser resonante y se convierta en un modo atenuado, impidiendo así realizar mediciones de parámetros electromagnéticos.

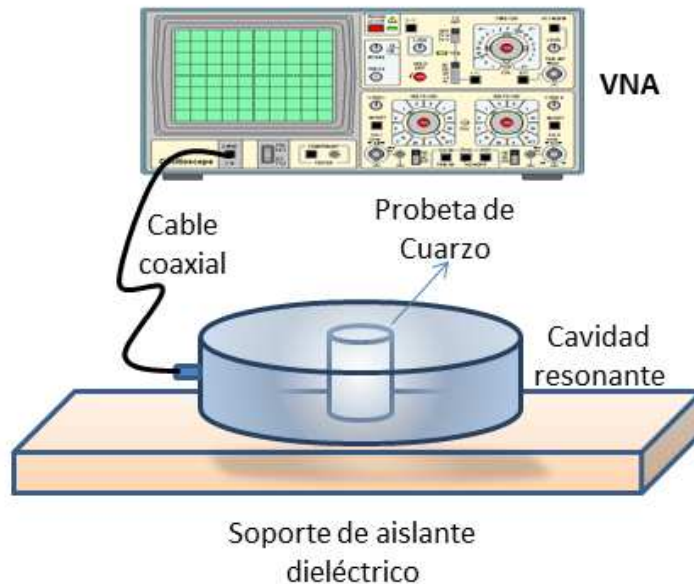


FIGURA 3.8. Diagrama experimental. Se muestra la probeta de cuarzo centrada en la cavidad resonante conectada al analizador vectorial de redes por medio de un cable coaxial.

4. Ajuste del analizador vectorial de redes.

Una calibración consiste en hacer una comparación rigurosa y metodológicamente repetible de la lectura de una determinada magnitud física con respecto a otra lectura de referencia de la misma magnitud física proporcionada por un equipo o accesorio que se denomina: el patrón. Las mediciones de un analizador vectorial de redes (VNA, de sus siglas en inglés) vienen referidas respecto a sus puertos de medición, es decir, el “cero” de medición se encuentra en el conector que viene con el equipo como se indica en la Figura 3.9. Usualmente, para llegar al elemento de microondas del cual se desean conocer sus parámetros de dispersión, en nuestro caso una cavidad resonante, se deben conectar cables coaxiales, atenuadores y demás accesorios que involucran cambios de fase y pérdidas. Esto significa que necesitamos compensar estos cambios de fase y pérdidas para trasladar el plano de medición al puerto de la cavidad resonante, es decir, justo en el circuito del excitador como se indica en la Figura 3.9, para luego medir los parámetros de medición de la red que nos interesa.

Si bien se usan cargas patrones o de referencia como corto circuitos, circuitos abiertos y cargas de 50Ω , vale destacar que la palabra correcta que debe usarse en este caso no es

calibrar sino *ajustar*, ya que se ajusta o traslada el nuevo plano de medición o el “cero” del equipo a otro punto en la red de microondas. Con estas cargas y ejecutando una rutina de medición interna del VNA, se puede trasladar el plano de medición a un nuevo punto. La frecuencia de resonancia y el factor de calidad del sistema son muy sensibles a los elementos tanto internos (pérdidas en la superficie de la cavidad, la muestra bajo ensayo, etc.) como externos (el excitador, cambios de fase y pérdidas en el cable coaxial).

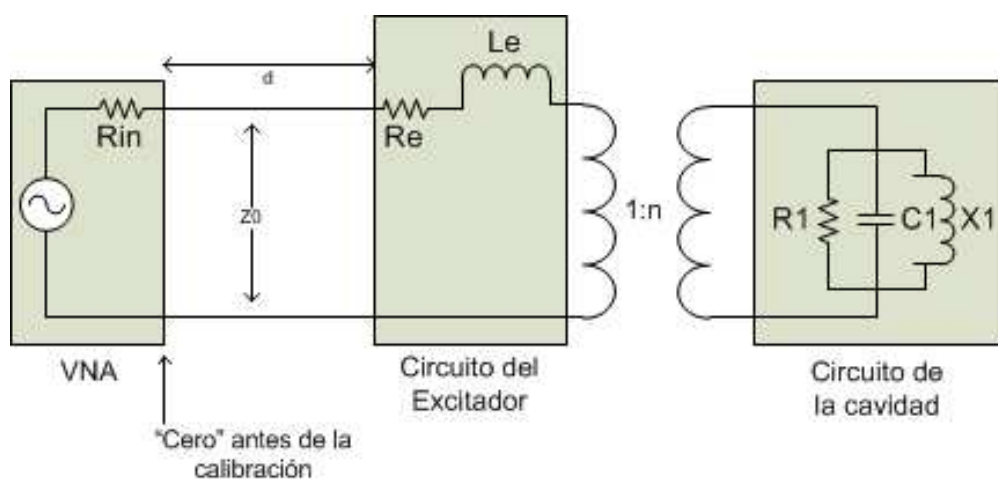


FIGURA 3.9. Circuito equivalente aproximado del sistema de medición. Se muestra el equipo de medición en serie con una resistencia interna conectado al circuito excitador por medio de un cable coaxial de impedancia característica 50Ω de longitud d

Para reducir la incertidumbre en la medición y asegurar la repetibilidad de las mismas, deben realizarse ajustes con estricta minuciosidad cada vez que se vayan a hacer ensayos, pues, un ajuste deficiente implica un cambio de fase local lo cual compromete sensiblemente la lectura de la frecuencia de resonancia de la cavidad vacía.

En la literatura existe una cantidad considerablemente grande de técnicas de calibración tanto para redes de un puerto como de dos puertos [48] [46] [47]. Las técnicas de auto-calibración resultan ser adecuadas cuando no se dispone de cargas patrones. Las calibraciones realizadas con cargas patrones (corto circuito, circuito abierto y terminación de 50Ω) son variadas pero las más conocidas son: TRM (Through-Reflect-Match), OSM (Open-Short-Match), TRL (Through-Reflect-Line) y LRL (Line-Reflect-Line).

En esta tesis se ha utilizado una calibración TRM con el equipo de calibración Anritsu serie 3652. Son cargas con revestimiento de oro y rango de operación desde $40MHz$ hasta $40GHz$. El procedimiento se explica más adelante.

Aún cuando la cavidad es de un sólo puerto fue necesario hacer una calibración tipo TRM de dos puertos por ser una característica del VNA que no permite calibraciones a un sólo puerto. Esto último sumado al hecho de que el máximo valor de puntos en cada barrido es de 1600 puntos, aumentan considerablemente el tiempo de medición por la siguiente razón. Es muy importante contar siempre con la mayor resolución posible en las lecturas del parámetro S_{11} , esto nos limita a un rango de frecuencias bastante corto de medición debido a la cantidad de puntos disponibles en cada barrido. Por lo tanto, esta condición nos lleva a realizar dos calibraciones en frecuencias diferentes: una con la cavidad vacía y otra cuando se coloque el dieléctrico central.

A continuación se describe el procedimiento general:

- Se identifica el modo resonante en función de la frecuencia de diseño y usando como guía la ubicación de los modos contiguos al deseado.
- Se debe centrar el barrido de frecuencias en el modo de interés de forma tal que puedan observarse las cuatro impedancias que se requieren para emplear el método de los puntos críticos.
- Con el rango de frecuencias de barrido seleccionado entonces entonces se inicia la calibración conectando ambos puertos del VNA a través de el cable coaxial que será utilizado (conexión tipo “Through”) de ahora en adelante. Ahora el VNA realiza la medición de los parámetros de dispersión y los guarda en memoria.
- A continuación se desconecta el cable coaxial del segundo puerto y se conecta una carga de $50\ \Omega$ (carga 'Match') en este extremo del coaxial y otra carga de $50\ \Omega$ en el segundo puerto del equipo. Se le indica al VNA que la carga ha sido conectada para que realice la medición correspondiente.
- El último paso consiste en reemplazar las cargas anteriores por dos cargas en corto circuito. Una vez indicado esto en el VNA el equipo realiza la última medición y ahora está en capacidad de determinar los parámetros necesarios para trasladar el puerto de medición al extremo del cable coaxial conectado al puerto 1.

5. Rango válido de medición para el modo TE_{011} .

Cuando se realizan mediciones de parámetros electromagnéticos de materiales en cavidades resonantes es importante tener una estimación de cuál es el máximo valor de la permitividad dieléctrica real que se puede medir para una configuración específica dada por: el modo y la frecuencia de trabajo de la cavidad, diámetro de la cavidad y diámetro del cilindro dieléctrico central bajo ensayo. Esto es debido a que la frecuencia de resonancia disminuye con la presencia del dieléctrico y ésto hace que exista un límite a partir de la cual no es posible tener una condición de resonancia para un modo dado con su distribución geométrica particular de los campos electromagnéticos. Cuando esto sucede se dice que el modo es atenuado y es equivalente a un modo evanescente en una guía de ondas. Por tal motivo, se sugiere que antes de realizar mediciones de propiedades electromagnéticas se debe tener certeza de que el modo de trabajo continuará “existiendo” en condición de resonancia en presencia del dieléctrico. Esto último se logra teniendo un estimado del valor de la permitividad o, seleccionando un modo con gran rango de medición si no se tiene ningún conocimiento de la muestra.

En la Figura 3.10 se muestra el rango de permitividades que pudieran medirse con el modo TE_{011} en $4,881\text{ GHz}$ utilizando un dieléctrico central de diámetro 6 cm . El punto indicado, $\varepsilon_r = 1,6$, es cuando la frecuencia calculada en la región del dieléctrico y la del aire son diferentes lo que implica que una de ellas es compleja con lo que no representa un modo resonante.

Para incrementar el rango válido de las mediciones de ε'_r se debe preparar la muestra con un diámetro menor, tanto como las facilidades constructivas de la muestra lo permitan y los errores cometidos en la ubicación de la muestra dentro de la cavidad no comprometan la confiabilidad de la medición. En las Figuras 3.11 y 3.12 se muestran los nuevos rangos, $\varepsilon_r = 2,7$ para un dieléctrico cilíndrico de 4 cm de diámetro y, $\varepsilon_r = 4,8$ para un dieléctrico cilíndrico de 3 cm .

La probeta de cuarzo utilizada en este desarrollo es de diámetro interno 3 cm lo cual nos dejaría un rango de medición hasta $\varepsilon_r = 4,2$, siendo suficiente de acuerdo a nuestra estimación para crudo pesado.

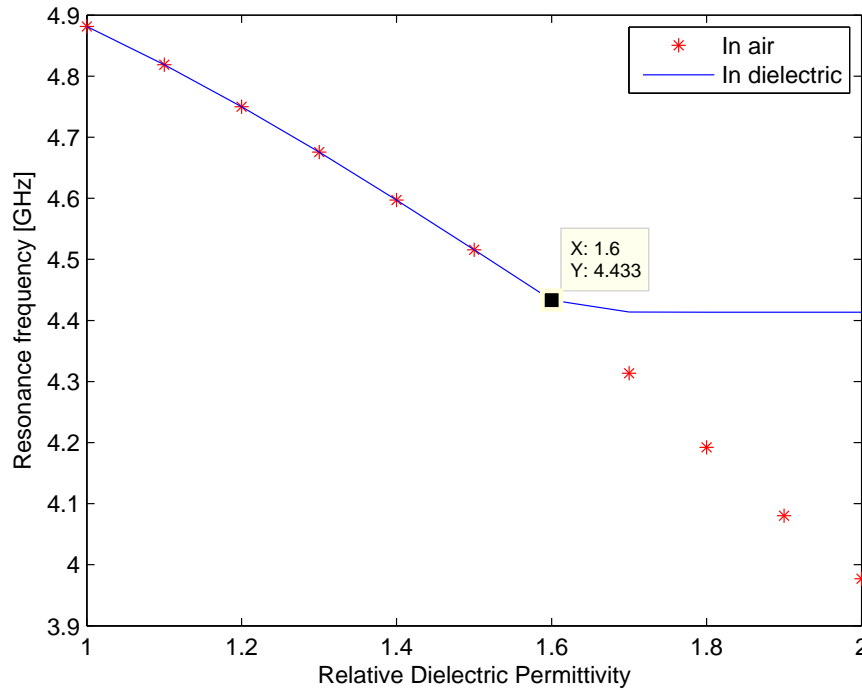


FIGURA 3.10. Rango de medición para un dieléctrico de diámetro 6 cm, modo TE_{011} en 4,881 GHz. Para este diámetro se incrementa gradualmente la permitividad dieléctrica real hasta que el modo pierda su condición resonante.

6. Determinación de la frecuencia de resonancia y la calidad del sistema.

Como se mencionó en la Sección 3 en este trabajo se utilizó el método de los puntos críticos para determinar la frecuencia de resonancia y la calidad del sistema. Este método resulta ser elegante y confiable tanto para cavidades sub-acopladas como sobre-acopladas [15] [14]. El mismo fue utilizado para conocer la frecuencia de resonancia (f) y la calidad (Q) de la cavidad vacía y luego en presencia de la muestra a caracterizar. Con estos datos es posible, resolviendo numéricamente las expresiones de la Sección 2, determinar la permitividad dieléctrica compleja efectiva del cilindro central.

Una vez que el modo haya sido identificado, el rango de frecuencias del barrido del VNA debe ser centrado, colocando el mínimo ancho posible para obtener la mayor resolución en frecuencia y que a su vez que permita capturar los datos necesarios, es decir, las cuatro impedancias y sus frecuencias descritas en el capítulo anterior en la sección 2.4.

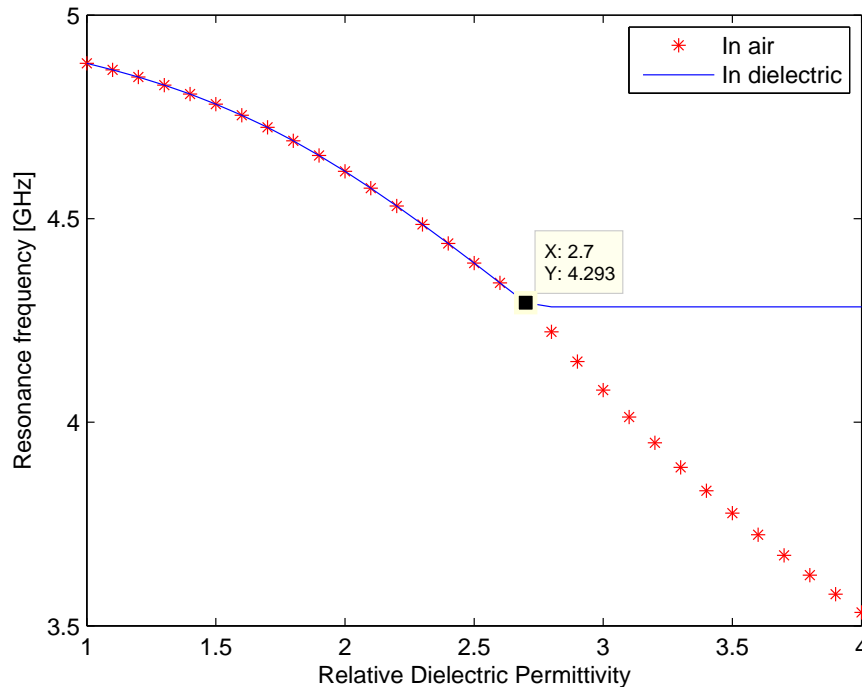


FIGURA 3.11. Rango de medición para un dieléctrico de diámetro 4 cm, modo TE_{011} en 4,881 GHz. Para este diámetro se incrementa gradualmente la permitividad dieléctrica real hasta que el modo pierda su condición resonante

Recuérdese que deben identificarse cuatro (4) puntos en la carta de Smith. El máximo y el mínimo de reactancia y, los dos puntos con la misma impedancia, es decir, donde la curva se cruza sobre si misma. Las frecuencias correspondientes a estos tres valores de impedancia serán utilizados en la forma que se discutió en la Sección 3 para determinar la frecuencia de resonancia y la calidad de la cavidad tanto vacía como cargada con el crudo pesado. En la Figura 3.13 se muestran los puntos críticos aproximados con sus valores de impedancia para la cavidad vacía. La ubicación exacta se obtiene de el archivo de datos exportados desde el analizador vectorial de redes.

En la Figura 3.14 se muestra el diagrama general para la medición de la permitividad dieléctrica compleja de crudo pesado, utilizando un doble resonador dieléctrico blindado.

El primer paso consiste en calcular la frecuencia de resonancia (f_0) y la calidad (Q_0) como se ha descrito con el método de los puntos críticos. Para ello, en primer lugar, se identifica el modo TE_{011} , se realiza la calibración del VNA buscando obtener la mejor resolución en la frecuencia, se identifican los cuatro puntos críticos y se calcula la frecuencia de resonancia

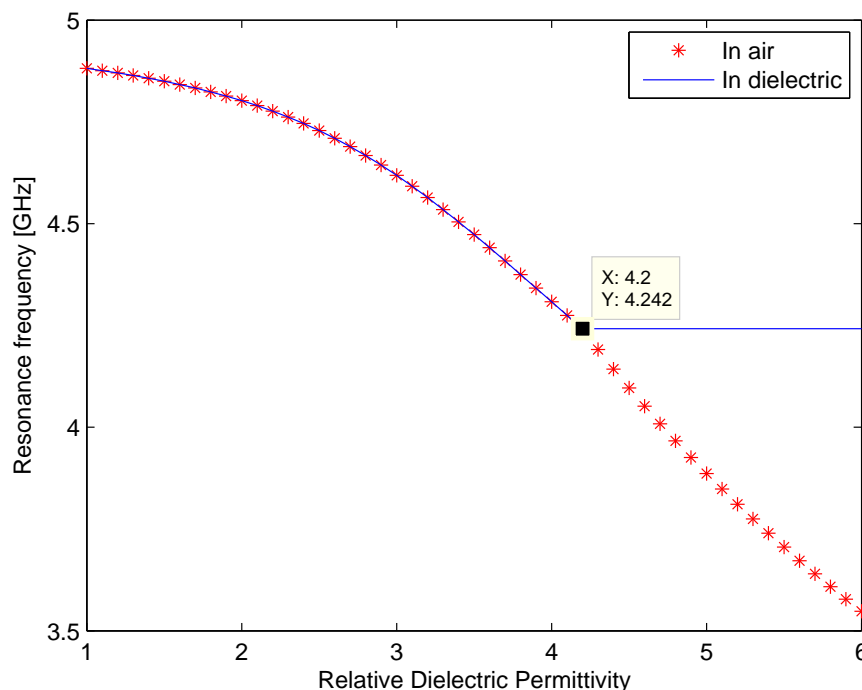


FIGURA 3.12. Rango de medición para un dieléctrico de diámetro 3 cm, modo TE_{011} en 4,881 GHz. Para este diámetro se incrementa gradualmente la permitividad dieléctrica real hasta que el modo pierda su condición resonante

y la calidad del sistema mediante un algoritmo programado en MATLAB. La probeta de cuarzo fue limpiada con ethanol al 100% antes de llenarla con crudo pesado. En el segundo paso debe llenarse la probeta con crudo pesado para hacer las nuevas mediciones de la frecuencia de resonancia y calidad, lo cual debe realizarse muy lentamente para evitar que queden atrapadas burbujas de aire que comprometan la confiabilidad de los resultados. El tercer paso consiste en resolver mediante algoritmos numéricos las expresiones que describen el comportamiento de los campos electromagnéticos para la configuración usada en este desarrollo. Este otro algoritmo también fue programado utilizando MATLAB y será brevemente detallado más adelante en este capítulo.

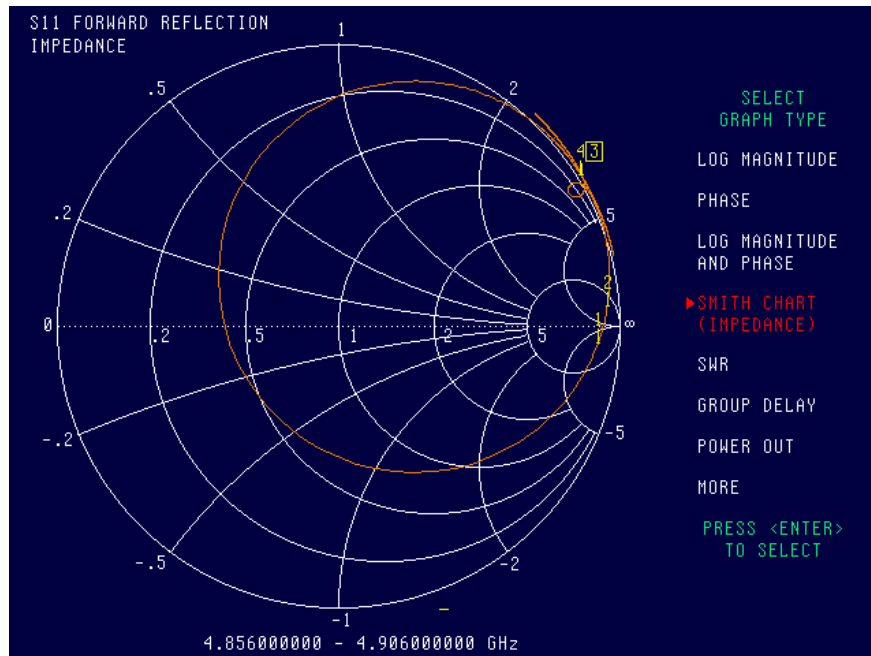


FIGURA 3.13. Carta de Smith donde se señalan los puntos críticos en el caso de la cavidad vacía. Los cuatro puntos marcados corresponden a la reactancia máxima, reactancia mínima y dos puntos donde las impedancias son iguales, respectivamente

7. Consideraciones especiales para el crudo pesado.

El crudo pesado está formado por cadenas largas de hidrógeno y carbono, es homogéneo y, por supuesto, sin estructura cristalina definida. Contiene compuestos de sulfuros orgánicos, nitrógeno y oxígeno. Dependiendo de su origen geológico se pueden encontrar trazas de metales como el hierro, vanadio, sodio y níquel. Esta mezcla principalmente de material orgánico le confiere su propiedad no magnética, de modo que se considera que su permeabilidad magnética relativa es igual a uno, $\mu_r = 1$. No existe en la literatura reportes de mediciones o indicios sobre lo contrario. Sólo existen comunicaciones personales hacia el Dr. Roberto Callarotti [5] sobre la baja permitividad dieléctrica y baja absorción de microondas en la ausencia de agua.

En la Figura 3.15 se muestra una imagen referencial de la configuración experimental. En ella se puede observar la cavidad, la probeta con crudo centrada y el analizador vectorial de redes.

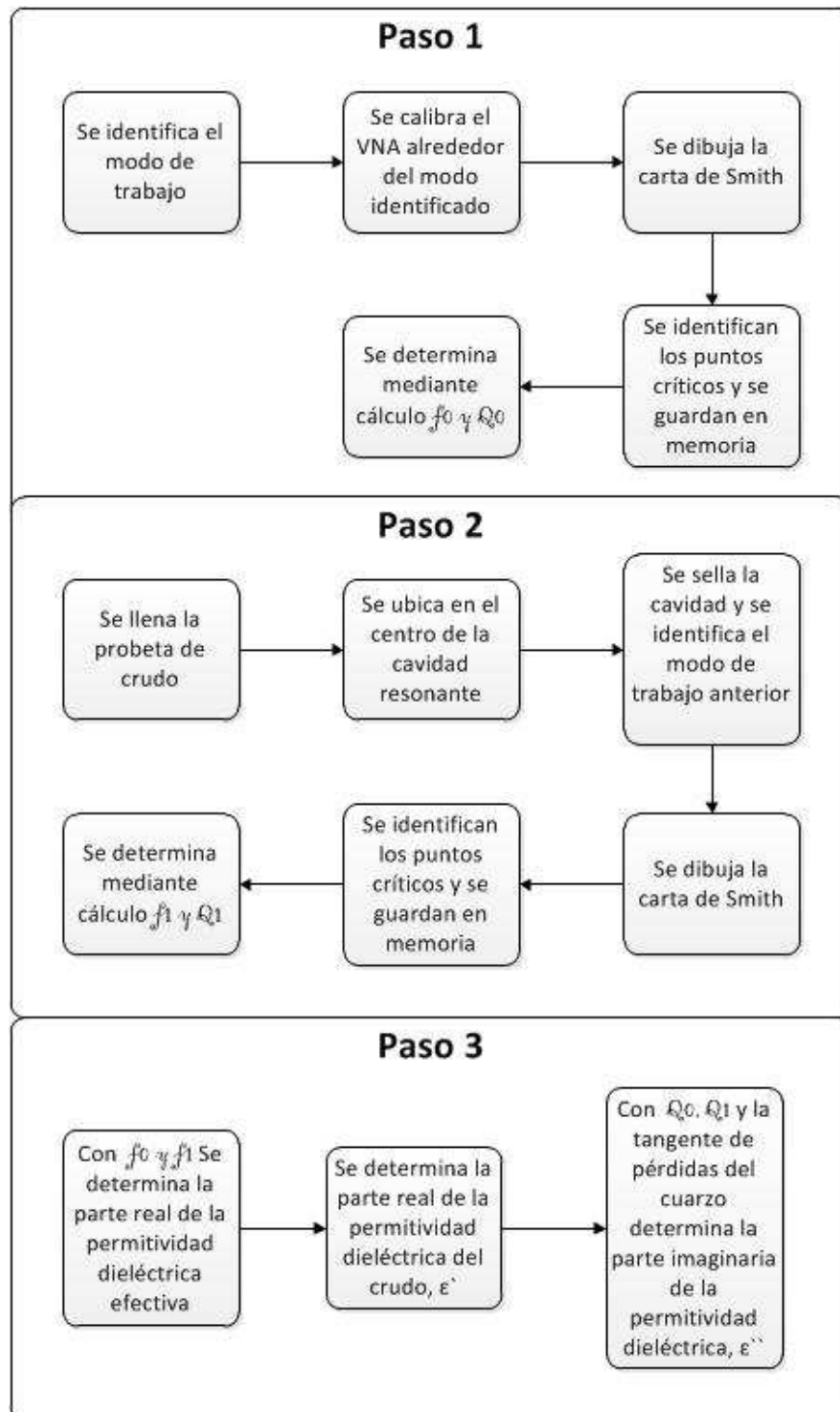


FIGURA 3.14. Diagrama para caracterización electromagnética de crudo pesado utilizando un resonador dieléctrico blindado.

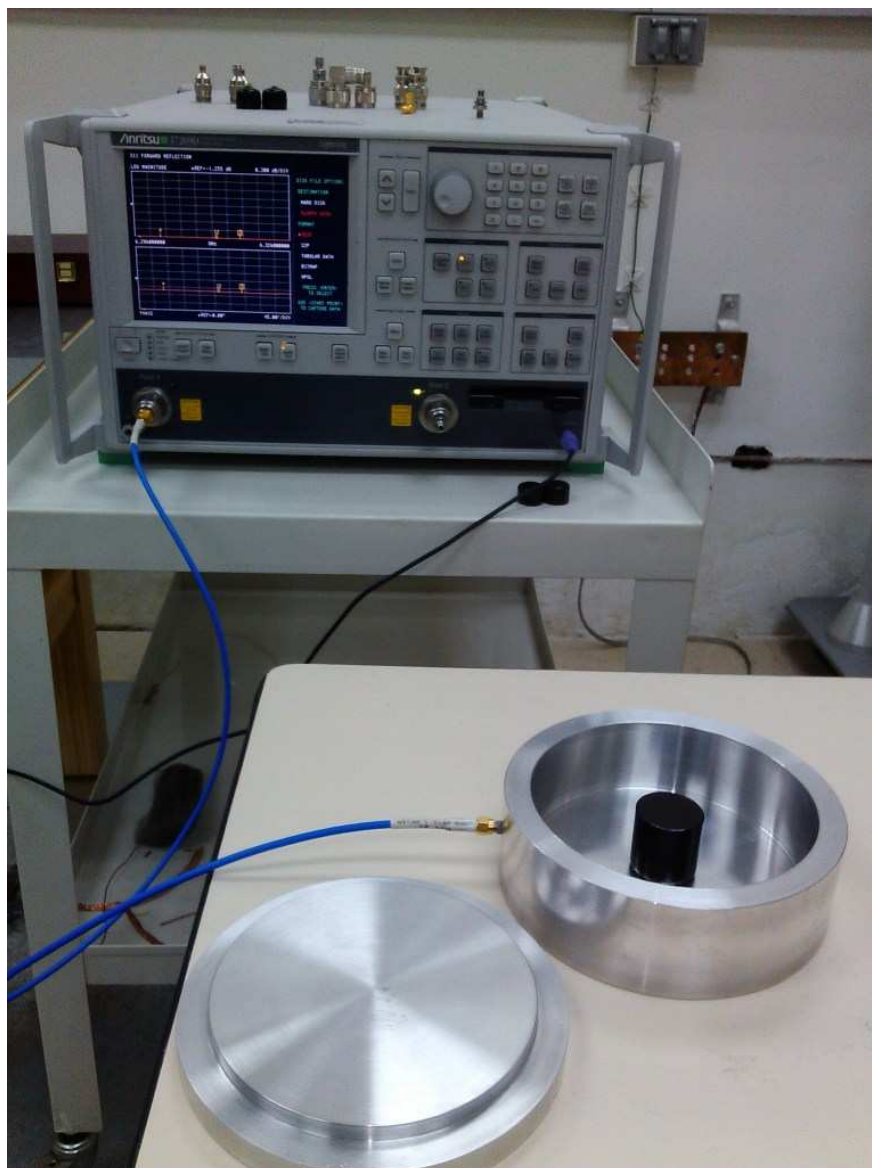


FIGURA 3.15. Imagen de la configuración experimental.

8. Solución numérica del modelo teórico.

La solución de las expresiones de la Sección 2 para la permitividad dieléctrica real no puede obtenerse analíticamente sino por aproximaciones numéricas. Afortunadamente en el mercado existen aplicaciones que permiten realizar tareas cada vez más complejas con excelente aproximación gracias al enorme desarrollo computacional de nuestros días. En este sentido, MATLAB es un software poderoso que dispone de aplicaciones numéricas para

resolver sistemas de ecuaciones no lineales. En nuestro caso se ha utilizado la función *fsolve* para ello.

Esta función devuelve las raíces de un sistema de ecuaciones del tipo $F(\mathbf{X}) = 0$, donde \mathbf{X} es un vector. *fsolve* hace uso de tres métodos para acotar y minimizar la solución al sistema de ecuaciones anterior: los métodos Gauss-Newton, Levenberg-Marquardt (LMA) [77] [78], y trust-region-reflective. Estando todos basados en algoritmos de mínimos cuadrados. El método por defecto es el trust-region-reflective, siendo éste una variación del método de Powel [79] [80] [81].

Una característica de esta función es que requiere de un punto de partida para comenzar la acotación de la solución, va a depender de la calidad del método usado y el comportamiento intrínseco del conjunto de ecuaciones hallar una solución correcta aún recibiendo un valor inicial alejado.

9. Validación del método empleado para caracterización electromagnética.

Es importante contar con una muestra de referencia bien conocida en la literatura para validar el método propuesto en este trabajo de grado para tener así un estimado de cuán confiable es la medición en términos de incertidumbre. Para ello se ha utilizado la misma probeta cilíndrica de cuarzo con una pureza del 99% de silicio de altura 36 mm, diámetro interno de 30 mm y diámetro externo de 34 mm el cual ha sido llenado con Vaselina refinada comercial (blanca).

De acuerdo a lo reportado en la literatura el cuarzo tiene una permitividad dieléctrica real de 3,85 y una tangente de pérdidas de $0,5 \cdot 10^{-4}$ a 5 GHz y la Vaselina, 2,16 y $6,6 \cdot 10^{-4}$, a 3 GHz [35]. Con estos datos de referencia se ha validado todo el proceso de medición de permitividades dieléctricas complejas descrito anteriormente y ha servido para estimar la repetibilidad de la medición.

La repetibilidad se ha tomado como el promedio de diez (10) mediciones de permitividades dieléctricas tanto para la parte real como para la compleja. Este resultado se ha combinado con la incertidumbre obtenida empleando el MMC como lo establece la GUM [55].

Análisis y discusión de los resultados.

1. Frecuencia de resonancia y calidad de la cavidad vacía.

Como se indicó en el capítulo anterior, el modo fundamental de diseño de la cavidad fue el modo TE_{011} para una frecuencia de resonancia de $4,8806\text{ GHz}$ obtenida experimentalmente. A continuación en la Figura 4.1 se muestra una lectura típica donde se ha identificado el modo resonante en cuestión con los cuatro puntos críticos situados aproximadamente de acuerdo a la Figura 3.13 del capítulo anterior.

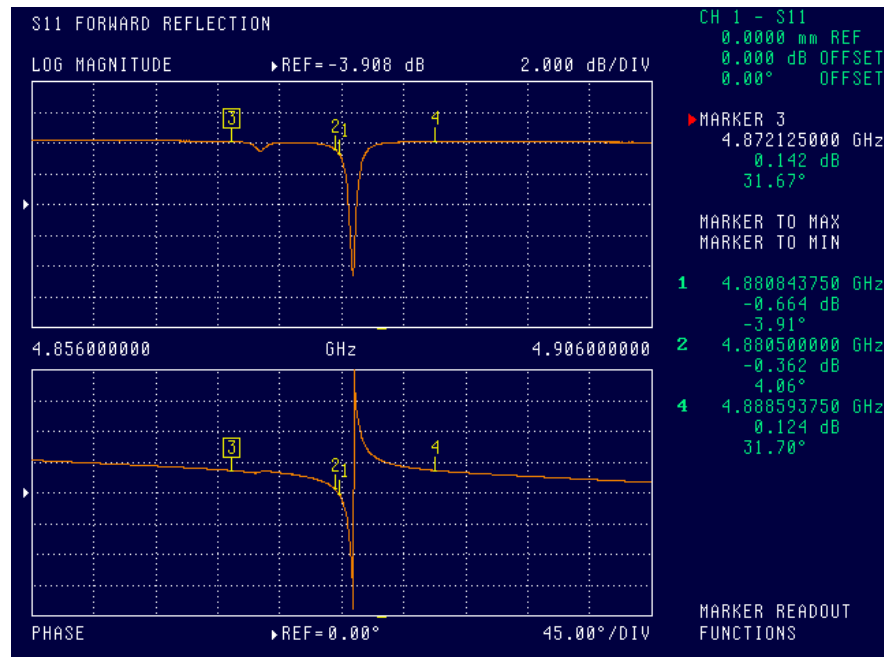


FIGURA 4.1. Identificación del modo TE_{011} . Resultado obtenido directamente del VNA del parámetro S_{11} vs frecuencia.

En la Tabla 4 se detallan los valores exactos de impedancia de los puntos críticos los cuales fueron obtenidos de los datos exportados en texto plano desde el VNA. Vale aclarar que el valor negativo en la resistencia de los puntos $Z3$ y $Z4$ son debidos a pequeñas corrientes inducidas externamente por el cable coaxial hasta el puerto del VNA. Éste factor es una

TABLA 1. Puntos críticos. Modo TE_{011}

Punto crítico	Frecuencia [GHz]	Resistencia	Admitancia
Z1	4,8805	784,52	1075
Z2	4,8808	909,40	-644,23
Z3	4,8720	-5,34	174,76
Z4	4,8885	-4,55	174,87

TABLA 2. Puntos críticos. Modo TE_{011}

Frecuencia de Resonancia [GHz]	Calidad	Factor de deformación
4,8806	17344,4	$2,62 \cdot 10^{-4}$

fuente de error aleatorio que quedará reducido cuando se determine la repetibilidad de la medición más adelante en la Sección 5

Con los datos anteriores puede determinarse la frecuencia de resonancia (f_0) y la calidad (Q_0) de la cavidad vacía. En la Tabla 2 se muestran estos resultados y el factor de deformación circular.

Estos resultados indican que la calidad de la cavidad es alta y que puede ser utilizada como un accesorio de medición aceptable de la tangente de pérdidas para materiales de bajas pérdidas. El factor de deformación circular es bastante pequeño que se traduce como un buen indicador del desempeño del sistema de medición.

La conductividad eléctrica del Duraluminio está en el rango $[17 \cdot 10^6, 21 \cdot 10^6]$ S/m , teóricamente se obtendría una calidad en el rango $[13199, 18898]$. De modo que el valor obtenido para la calidad de la cavidad está razonablemente contenido en este rango. Para establecer una comparación, en la Tabla 3 se muestran las calidades, (Q_0), de cavidades resonantes en $4,8806 GHz$ para el modo TE_{011} construidas de distintos metales.

La calidad de la cavidad construida es menor que cualquiera de las mostradas, sin embargo considerando que no es económico e incluso factible conseguir piezas de estos metales en las dimensiones requeridas, hacen que nuestra construcción sea una buena alternativa. Por otro

TABLA 3. Puntos críticos. Modo TE_{011}

Material	Conductividad [10^6 S/m]	Calidad
Aluminio	3,77	19670
Cobre	5,81	24419
Plata	6,33	25488
Oro	4,55	21609

lado, la calidad es relativamente alta, lo suficiente como para medir materiales de bajas pérdidas.

Para efectos de cálculo en la determinación de las propiedades dieléctricas del crudo pesado se utilizó el valor promedio de 5 lecturas experimentales tanto de la frecuencia de resonancia (f_0) como de la calidad (Q_0), obteniendo respectivamente, 4,8806 GHz y 17344

TABLA 4. Permitividad dieléctrica real y Factor de Calidad con vaselina. Modo TE_{011}

Permitividad Real	Tangente de Pérdidas
2,243	$1,4 \cdot 1010^{-4}$

2. Validación del método. Repetibilidad de la medición

En la figura 4.2 se muestra el modo TE_{011} en presencia de un dieléctrico cilíndrico central compuesto de una probeta de cuarzo lleno de vaselina.

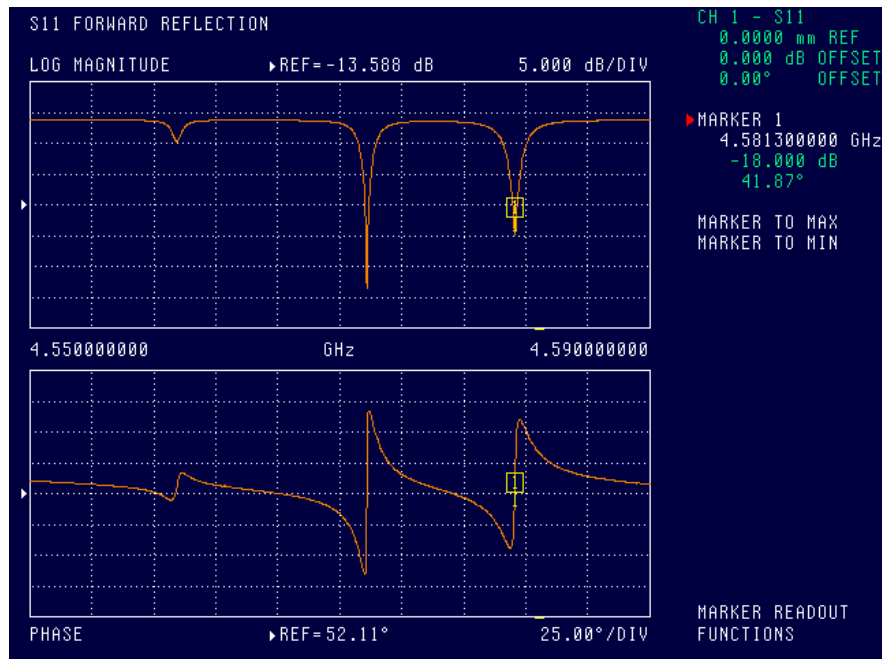


FIGURA 4.2. Identificación del modo TE_{011} con la presencia de cuarzo-vaselina. Resultado obtenido directamente del VNA del parámetro S_{11} vs frecuencia.

Los valores promedio para la permitividad dieléctrica real y la tangente de pérdidas de un total de cinco mediciones se muestra en la Tabla 4.

La repetibilidad de la medición se toma como la desviación estándar del conjunto de datos tomados lo que da como resultado $\Delta\epsilon_r = 0,0016$ y $\Delta\tan(\delta) = 0,106 \cdot 10^{-4}$

Los valores de constante dieléctrica real tangente de pérdidas reportados en la literatura para la vaselina refinada en 3 GHz son de $\varepsilon_r = 2,16$ y $\tan(\delta) = 6,6 \cdot 10^{-4}$ [35]. Los resultados obtenidos en $4,8806\text{ GHz}$ se ajustan aceptablemente para la tendencia en frecuencia mostrada por la vaselina.

TABLA 5. Puntos críticos. Modo TE_{011}

Punto crítico	Frecuencia [GHz]	Resistencia	Admitancia
Z1	4,5473	39,15	124,07
Z2	4,5499	38,6440	54,73
Z3	4,5378	11,73	67,13
Z4	4,5518	11,74	67,23

3. Medición de la permitividad dieléctrica real de crudo pesado A.

Después de centrar la probeta con crudo en la cavidad resonante tal como se muestra en la Figura 3.15, ésta se selló con la tapa y se procedió a identificar nuevamente el modo TE_{011} . En la Figura 4.3 se muestra este modo en la carta de Smith donde han identificado aproximadamente los puntos críticos.

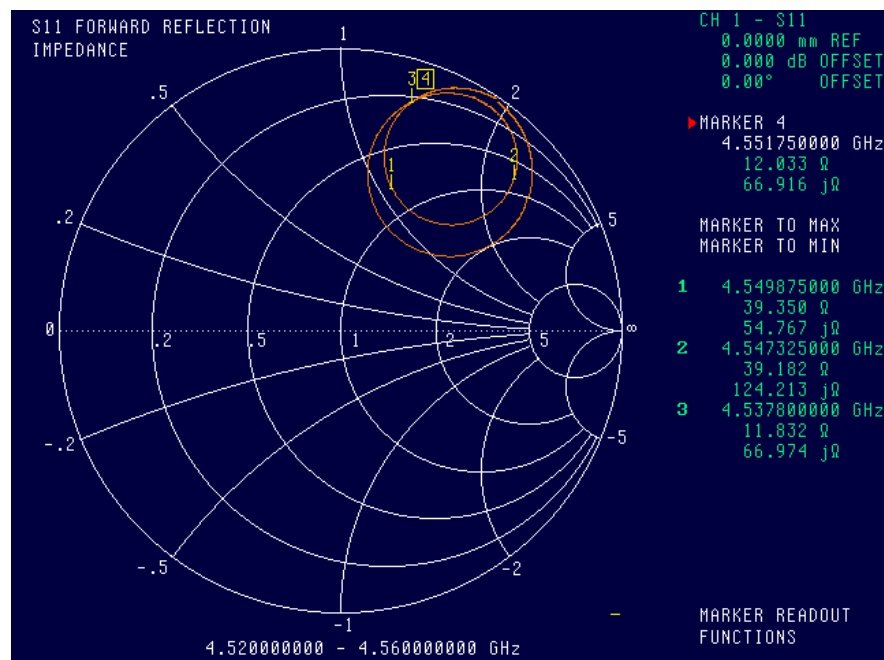


FIGURA 4.3. Identificación del modo TE_{011} con la presencia de crudo pesado. Diagrama de Smith obtenido directamente del VNA. Se muestran las cuatro impedancias de interés para emplear el método de los puntos críticos.

Los puntos críticos exactos se muestran en la Tabla 5

TABLA 6. Frecuencia de resonancia y Calidad con crudo pesado. Modo TE_{011}

Frecuencia de Resonancia [GHz]	Calidad	Factor de deformación
4,5486	1716	$1,6 \cdot 10^{-2}$

TABLA 7. Probeta de Cuarzo

Diámetro interno [mm]	Diámetro externo [mm]	Permitividad dieléctrica real [ϵ_r]	Tangente de pérdidas [$\tan(\delta)$]
30,0	34,0	3,85	$0,25 \cdot 10^{-4}$

Con estos datos se obtiene la nueva frecuencia de resonancia, f_L , y la calidad del sistema, Q_L , dadas en la Tabla 6, empleando las ecuaciones (2.36) y (2.37).

Ahora es posible determinar la permitividad dieléctrica real efectiva del material bajo prueba (cuarzo más crudo pesado). Haciendo uso de los métodos numéricos expuestos en la Sección 3 se obtuvo un resultado preliminar de $\epsilon_r = 2,688$. Teniendo en cuenta las dimensiones de la probeta de cuarzo junto con sus propiedades dieléctricas mostrados en la Tabla 7 se puede conocer la permitividad dieléctrica del crudo haciendo uso de la teoría de permitividades dieléctricas efectivas para mezclas de acuerdo a lo expuesto en la Sección 5. De este modo se obtiene un valor definitivo de $\epsilon_r = 2,356$ para el crudo pesado.

4. Medición de la permitividad dieléctrica imaginaria de crudo pesado A.

Con los resultados obtenidos en la sección previa de la calidad para la cavidad vacía y cargada y, con la tangente de pérdidas de la probeta de cuarzo, resulta sencillo determinar la tangente de pérdidas, $\tan(\delta_c)$, para el crudo pesado y por tanto su permitividad dieléctrica compleja ϵ_r'' . Para ello se hace uso de las ecuaciones (2.30) y (2.32) de la Sección 2. Despejando se obtiene,

$$(4.1) \quad \tan(\delta_c) = \frac{1}{Q_L} - \frac{1}{Q_0} - \tan(\delta_q),$$

donde $\tan(\delta_q) = 0,25 \cdot 10^{-4}$.

Es así como finalmente se obtiene la tangente de pérdidas, de $5,00 \cdot 10^{-4}$ o lo que es lo mismo, una permitividad dieléctrica imaginaria de $1,17 \cdot 10^{-3}$.

Si bien no existen mediciones hechas para estas frecuencias, la tendencia de los resultados previos [5] [6] es coherente con el obtenido aquí. El crudo pesado presenta baja absorción de microondas y es cada vez menor con el incremento de frecuencia.

5. Incertidumbre total de la medida

De acuerdo a lo expresado en la Tabla 2, en la Tabla 8 se muestran los valores de todos los parámetros empleados en este desarrollo. Los datos fueron recopilados de las características del vernier utilizado y del certificado de calibración del Analizador Vectorial de Redes Anritsu, modelo 37269D. Se han realizado un total de 10^6 iteraciones de Monte Carlo implementado en el software MATLAB. Se ha empleado como repetibilidad del sistema el obtenido en la Sección 9 de $\sigma = 0,0016$.

TABLA 8. Valores de todas las fuentes de incertidumbre.

Factor	Error	Fuente	Valor del parámetro
d	e_d	e_α	MAE = 1 mm
		e_r	SD = 1 mm
		e_o	$s_o = 1$ mm
a	e_a	e_α	MAE = 1 mm
		e_r	SD = 1 mm
		e_o	$s_o = 1$ mm
b	e_b	e_α	MAE = 1 mm
		e_r	SD = 1 mm
		e_o	$s_o = 1$ mm
f	e_f	e_{cal}	$U_{cal} = 8$ kHz
		e_{SF}	SF = 100 kHz

En la Figura 4.4 se muestra el histograma de frecuencias para la permitividad dieléctrica real. En esta gráfica el intervalo para el 95 % de confianza está comprendido entre [2,6768 2,6831] que puede ser representado de la siguiente forma $2,68^{+0,12\%}_{-0,12\%}$.

En la Figura 4.5 se muestra el histograma de frecuencias para la tangente de pérdidas. En esta gráfica el intervalo para el 95 % de confianza está comprendido entre [4,9434 5,5717] 10^{-4} que puede ser representado de la siguiente forma $5,25 \cdot 10^{-4+0,061\%}_{-0,058\%}$.

Puede observarse para ambas distribuciones un comportamiento gaussiano con intervalos de confianza angostos.

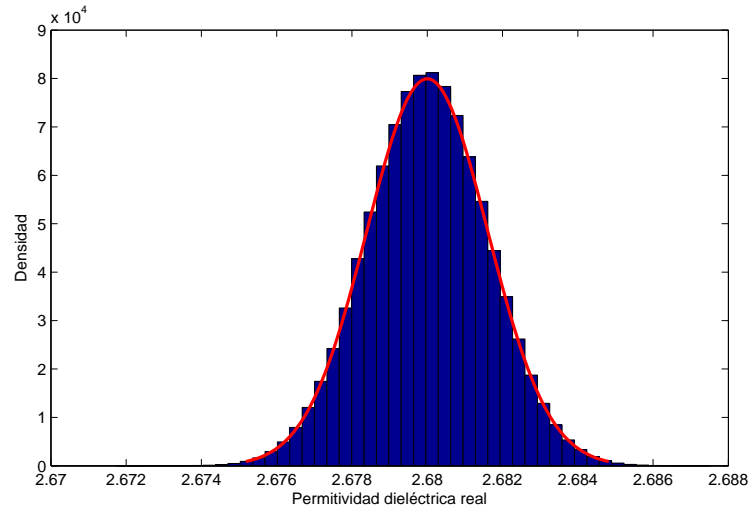


FIGURA 4.4. Histograma de frecuencia para la permitividad dieléctrica relativa obtenida mediante simulaciones de Monte Carlo.

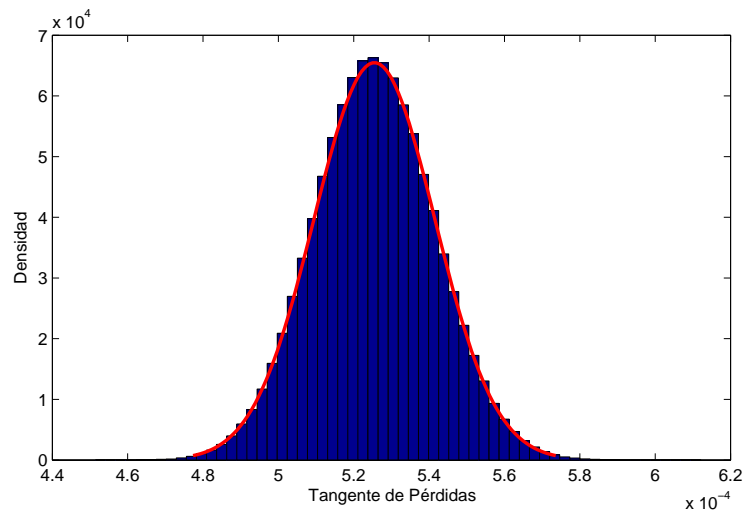


FIGURA 4.5. Histograma de frecuencia para la tangente de pérdidas obtenida mediante simulaciones de Monte Carlo.

6. Permitividad dieléctrica compleja de un segundo tipo de crudo pesado B .

En esta sección se muestran los resultados correspondientes a la medición de la permitividad dieléctrica compleja de crudo pesado B proveniente de otro pozo con grados API cercano a 9° . El método empleado para ello es el descrito en las secciones anteriores.

TABLA 9. Permitividad dieléctrica real y tangente de pérdidas de crudo pesado B. Modo TE_{011}

Permitividad Real	Tangente de Pérdidas
2,32	$1,25 \cdot 10^{-4}$

En la Fig. 4.6 se muestran los puntos críticos del modo TE_{011} cargada con el doble dieléctrico cuarzo-crudo en el centro de la cavidad. Se puede notar la similitud con los resultados previos para el crudo A en la Fig. 4.3.

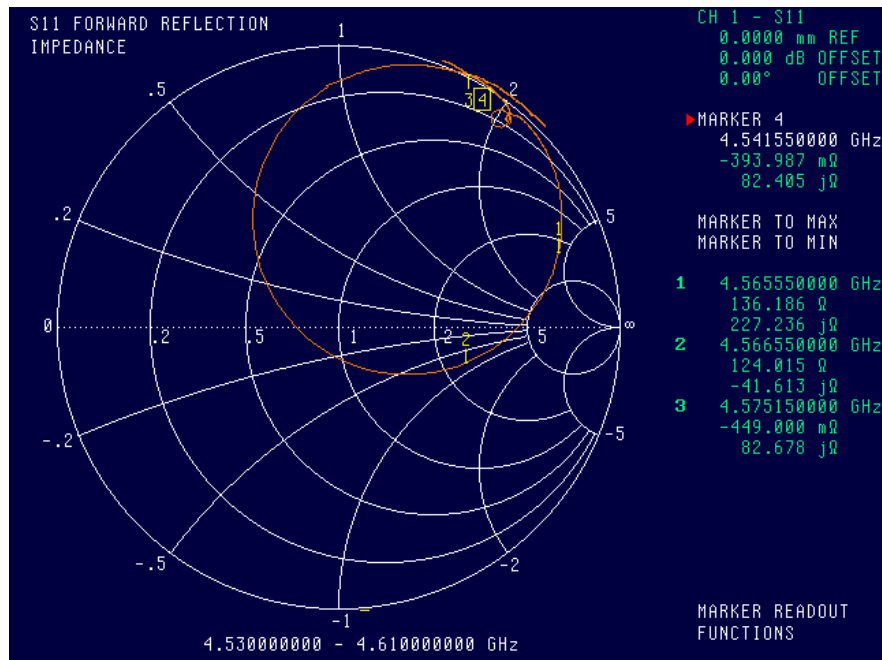


FIGURA 4.6. Identificación del modo TE_{011} con la presencia de crudo pesado. Diagrama de Smith obtenido directamente del VNA. Se muestran las cuatro impedancias de interés para emplear el método de los puntos críticos.

Luego de ejecutar el código escrito para resolver numéricamente el conjunto de ecuaciones que describen el fenómeno, se obtuvo una permitividad dieléctrica efectiva de $\epsilon_r = 2,66$ y una calidad $Q_L = 4804$. Al aplicar la teoría de mezclas de Bruggeman los resultados finales para el crudo pesado B se muestran en la Tabla 9.

7. Permitividad dieléctrica compleja de crudo pesado en el modo TE_{021} (6,301 GHz).

Finalmente se han realizado las mediciones de la permitividad compleja de los crudos pesados A y B en el modo TE_{021} resonante en 6,301 GHz. El procedimiento seguido es idéntico al empleado para el modo TE_{011} con la única diferencia de que el VNA se ha sintonizado en otra frecuencia central. La calidad de la cavidad en este modo es de 14830.

En las figuras 4.7 y 4.8 se muestran los puntos críticos correspondientes para la cavidad resonante cargada con los crudos pesados A y B respectivamente.

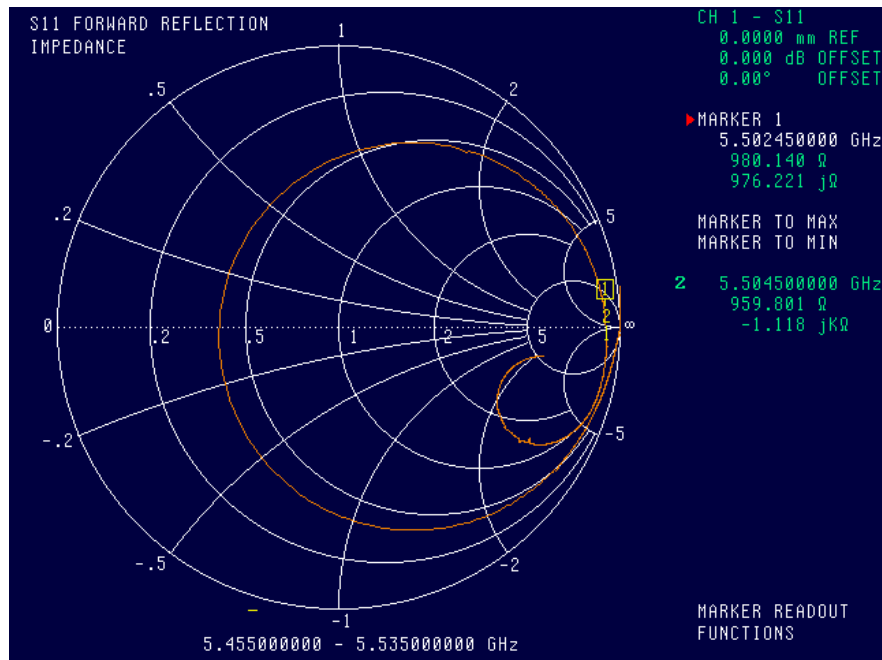


FIGURA 4.7. Identificación del modo TE_{021} con la presencia de crudo pesado. Diagrama de Smith obtenido directamente del VNA. Se muestran sólo dos de los puntos críticos: reactancia máxima y reactancia mínima. Crudo A

Los resultados finales para el crudo A y el crudo B se indican en la Tabla 4.10. Debido a que la diferencia de frecuencias entre los modos TE_{021} y TE_{011} no hace cambio apreciable en la tangente de pérdidas del cuarzo, se ha empleado el mismo valor en esta sección para los cálculos de la tangente de pérdidas del crudo pesado, como se explicó en la sección 4.

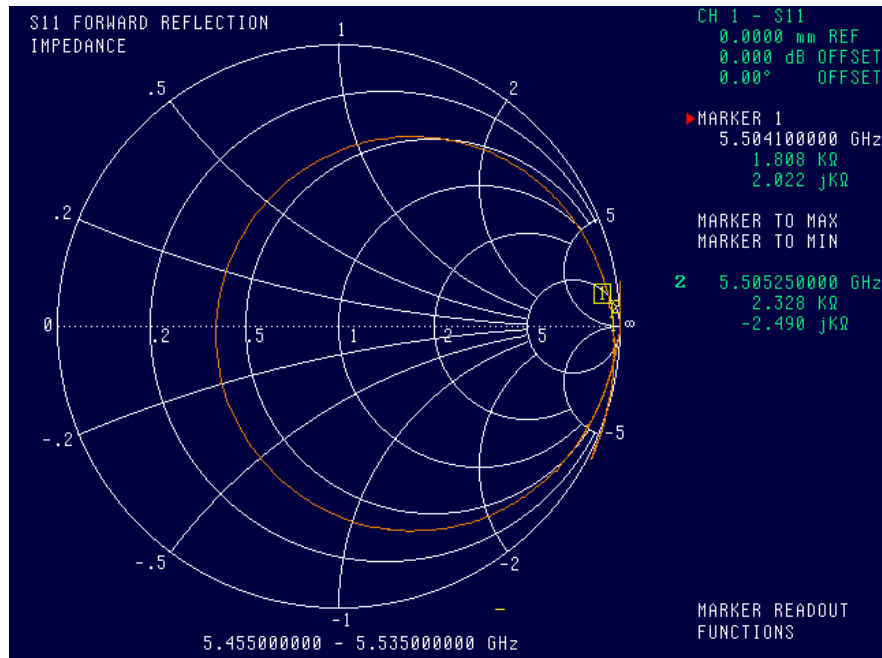


FIGURA 4.8. Identificación del modo TE_{021} con la presencia de crudo pesado. Diagrama de Smith obtenido directamente del VNA. Se muestran sólo dos de los puntos críticos: reactancia máxima y reactancia mínima. Crudo B

TABLA 10. Permitividad dieléctrica y tangente de pérdidas en 6,301 GHz. TE_{021}

Parámetro	Crudo A	Crudo B
ϵ'_r	2,13	2,07
$\tan(\delta_d)$	$1,71 \cdot 10^{-4}$	$0,62 \cdot 10^{-4}$

Conclusiones y recomendaciones

En este trabajo se utilizó un resonador cilíndrico en el modo TE_{011} en 4,881 GHz fabricado en Duraluminio para determinar la permitividad dieléctrica de crudos pesados venezolanos. Los crudos han sido confinados en una probeta de cuarzo con el 99 % de pureza y fueron suministrados por PDVSA-INTEVEP mediante un convenio específico suscrito con el Instituto de Ingeniería. La muestra fue colocada en el centro de la cavidad y por medio del método de los puntos críticos y de la teoría de permitividades efectivas para mezclas de Bruggeman se determinó la permitividad dieléctrica compleja del crudo bajo ensayo. Se utilizó el método de Monte Carlo para estimar la incertidumbre de la medición en la frecuencia de trabajo dada la configuración electromagnética estudiada sin incluir la incertidumbre asociada al método de los puntos críticos y la teoría de mezclas debido a que escapaba del alcance de este desarrollo. La caracterización también fue posible en el modo TE_{021} en 6,301 GHz permitiéndonos afirmar que la permitividad dieléctrica real se mantiene constante con respecto a la frecuencia y que la tangente de pérdidas disminuye con la misma.

1. Conclusiones

- (1) El mecanizado de cavidades resonantes es un proceso relativamente sencillo, sin embargo debe asegurarse el adecuado contacto metal-metal entre la tapa de la cavidad y la pared de la misma para evitar fugas electromagnéticas para poder lograr factores de calidad altos. El diseño propuesto es este desarrollo fue afectivo para estos fines lo cual nos permitió alcanzar los factores de calidad teóricos para la conductividad del duraluminio.
- (2) Para la excitación de la cavidad seleccionamos un circuito tipo lazo ('loop') ya que nos permitió orientar a nuestra conveniencia el campo magnético para excitar los modos TE. Sin embargo, debido a que la espira no es un filamento ideal, podían ser excitados ciertos modos TM parásitos, algunos de los cuales, aunque muy débiles en resonancia, podían observarse con la presencia de la muestra a caracterizar. En

este sentido fue importante conocer los posibles modos TM de la cavidad diseñada a fin de evitar confusiones en la identificación del modo de trabajo.

- (3) Si bien la altura de la probeta de cuarzo fue cuidadosamente seleccionada, seguía existiendo una separación entre la mezcla cuarzo-crudo y la tapa de la cavidad, sin embargo este desperfecto no alteró los resultados en la medición de la permitividad dieléctrica del crudo pesado lo cual confirma que efectivamente los modos TE son menos sensibles a estas separaciones convirtiéndolo en un modo confiable y repetible para medir permitividades dieléctricas.
- (4) La teoría de permitividades efectivas para mezclas de Bruggeman fue validada para nuestra configuración realizando mediciones sobre vaselina comercial.
- (5) El método de los puntos críticos resultó adecuado para determinar la calidad del sistema y la frecuencia de resonancia de la cavidad. La mayor dificultad estuvo en precisar correctamente las dos impedancias donde la curva se cruza sobre sí misma cuando la muestra bajo medición está presente, denominadas en este trabajo como z_3 y z_4 , debido a la presencia de modos parásitos y otros modos TE contiguos al modo principal de medición.
- (6) El método de Monte Carlo es un método validado por la Guía Para la Expresión de la Incertidumbre en la Medición (GUM). En el presente trabajo utilizamos éste método para estimar la incertidumbre en la medición de la permitividad dieléctrica compleja debido a la alta no linealidad y complejidad del modelo matemático que describe el fenómeno estudiado. Los resultados muestran una baja dispersión en la permitividad dieléctrica real con un comportamiento simétrico alrededor del valor medio esperado y un intervalo de confianza similar a la repetibilidad medida sobre mediciones con vaselina. Por su lado el intervalo de confianza de la tangente de pérdidas indica, al igual que la permitividad dieléctrica real, una baja dispersión con un comportamiento simétrico alrededor del valor esperado, pero que sin embargo, resultó ser mucho menor que la repetibilidad de la tangente de pérdidas obtenidas. El valor final de la incertidumbre de la medición en la permitividad dieléctrica real y la tangente de pérdidas, que puede reportarse para nuestro caso, sería la suma cuadrática de el valor obtenido con el MMC y la repetibilidad, en el entendido de que ambas distribuciones de probabilidad son de tipo Gaussiana.

- (7) Los resultados obtenidos con los dos tipos de crudos, con una diferencia de 2 grados API, nos permiten concluir que sus parámetros electromagnéticos son poco sensibles a su viscosidad. De la misma forma, la caracterización realizada en el modo TE_{021} para ambos crudos, nos permite aseverar que, en el rango de medición de este trabajo, la tangente de pérdidas decrece con el aumento de frecuencia, siendo esta tendencia coherente con la tendencia obtenida por PDVSA-INTEVEP en un rango de frecuencias de medición inferior. Los resultados obtenidos para la permitividad dieléctrica real permiten afirmar que se mantiene independiente de la frecuencia en todo el rango de medición.
- (8) Los resultados de este trabajo nos permiten determinar con mejor precisión la absorción de microondas por parte de crudo pesado en yacimientos petroleros cuando es irradiada desde la superficie energía electromagnética.

2. Recomendaciones

- (1) Es importante continuar los estudios en la estimación de la incertidumbre de la medición de la permitividad dieléctrica compleja por medio del método de Monte Carlo incluyendo el método de los puntos críticos y la teoría de permitividades efectivas para mezclas de Bruggeman.
- (2) Ya conocidas las propiedades electromagnéticas de crudos pesados se está en capacidad de estimar el calentamiento en el fondo del pozo de crudos pesados con las características de los crudos medidos.
- (3) Es importante realizar mediciones de permitividades dieléctricas complejas para mezclas de arena y crudo en las proporciones adecuadas con el fin de saber cuánto cambian las propiedades de un medio en condiciones real. En este mismo sentido resulta también de interés determinar las propiedades de crudo para distintas temperaturas. Esto permitirá ajustar el modelo numérico de calentamiento por microondas en la medida que la temperatura se va incrementando como consecuencia de la propia absorción de energía electromagnética.
- (4) A los fines de mejorar aún más el factor de calidad, incluso en modos superiores a los utilizados en este trabajo, se recomienda revestir internamente la cavidad con películas delgadas de cobre o de oro para aumentar la conductividad de la superficie

interna de la cavidad. Esto alargará la vida útil de la cavidad construida además de mejorar la incertidumbre en la medición de la tangente de pérdidas.

Anexos

En esta sección se anexan dos publicaciones realizadas por los autores de este desarrollo en el marco de los objetivos planteados inicialmente:

- UNCERTAINTY ESTIMATION IN COMPLEX PERMITTIVITY MEASUREMENTS BY SHIELDED DIELECTRIC RESONATOR TECHNIQUE USING THE MONTE CARLO METHOD
- UNCERTAINTY MINIMIZATION IN PERMITTIVITY MEASUREMENTS IN SHIELDED DIELECTRIC RESONATORS

UNCERTAINTY ESTIMATION IN COMPLEX PERMITTIVITY MEASUREMENTS BY SHIELDED DIELECTRIC RESONATOR TECHNIQUE USING THE MONTE CARLO METHOD

E. Páez¹, M. A. Azpúrua^{1, *}, C. Tremola¹, and R. C. Callarotti²

¹Instituto de Ingeniería, Laboratorio de Electromagnetismo Aplicado, Centro de Ingeniería Eléctrica y Sistemas, Caracas, Venezuela

²Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas (IVIC), Caracas, Venezuela and Universidad del Turabo, Gurabo, Puerto Rico

Abstract—In this paper, we estimate the uncertainty in complex permittivity measurements performed in a shielded dielectric resonator, by using the Monte Carlo Method. We selected this approach since the theoretical expressions required to interpret the experimental results are highly non-linear. Furthermore the resonant frequency of the system and its quality factor are highly correlated. Thus we propose a model for the measurement process which considers the major sources of uncertainty previously reported in published experimental results. The proposed model combined with the Monte Carlo method was used to propagate the probability distributions of each uncertainty contribution, obtaining a) the approximate probability density function for the measured complex permittivity, and b) the estimated expanded uncertainty for the mode TE₀₁₁. The results show that this procedure leads to small uncertainty intervals for the real part of the dielectric permittivity, while it is not very reliable in the loss tangent measurement. Additionally, for each input quantity, we calculated the standard deviation in the experimental results produced independently by each uncertainty contribution.

1. INTRODUCTION

Resonance methods represent one of the most useful techniques for the measurement of the complex permittivity of low-loss materials [1–3], offering the highest possible accuracy in measurements of real

Received 13 April 2012, Accepted 15 May 2012, Scheduled 29 May 2012

* Corresponding author: Marco A. Azpúrua (bazpuru@fii.gob.ve).

permittivity [4–6]. Resonant cavities having axial symmetry are the most commonly used resonators in dielectric metrology. In the present work we chose a cylindrical resonator since the relationship between sample dielectric permittivity, cavity dimensions, resonant frequency and unloaded Q factor, can all be derived theoretically by separation of variables [5–8].

Since measurement uncertainties will affect the experimental results, the accuracy of the complex permittivity measurements can only be estimated once the uncertainty sources are identified and their effect modeled as part of the measurement process.

Some uncertainty sources are associated to geometrical factors such as resonator size and sample shape and dimensions. Their effect can be reduced by careful size measurements and careful construction of the resonators. One fundamental measurement limitation is due to the inherent measurement accuracy of the Vector Network Analyzer (VNA). Also, the sensitivity of the measurement system respect to the input variables must be understood in order to determine the conditions under which a given method may be used effectively in electromagnetic measurement characterization [9, 10].

Thus, the estimation of the uncertainty associated to complex permittivity measurements is a challenging task, previously addressed using a simplified approach [10] that assumed that all the contributions are uncorrelated and symmetric, combining them in a linear or linearized model using the error propagation law within the framework of the Guide to the expression of Uncertainty in Measurement, GUM [11]. Since those assumptions may affect the reliability of the results, it is advisable to use alternative methods, such as Monte Carlo Method, for the calculation and validation of measurement uncertainty [12].

The Monte Carlo Method (MCM) is recognized as a practical alternative by the Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM) of the Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), and it has been included in the GUM as a supplement, since 2008 [12]. It has been widely used within many scientific disciplines, such as metrology, geodesy, optics, hydrology, electronics, structural mechanics and electromagnetic compatibility, among others [13–19].

The paper is organized as follows: in Section 2 we describe the foundations and the general methodology used for the measurement of complex permittivity in shielded dielectric resonators. In Section 3 we describe measurement uncertainties using the MCM approach in the context of GUM. In Section 4 we propose a model for the measurement process and discuss the different uncertainty contributions. In Section 5, we present a numerical example based on our measurement

system that will illustrate the methodology discussed. Finally, we conclude by discussing the probability distribution of the results and the confidence intervals achieved in the numerical examples.

2. COMPLEX PERMITTIVITY MEASUREMENTS BY SHIELDED DIELECTRIC RESONATOR TECHNIQUE

For a specific mode excited in the resonant structure containing the sample, the measured basic variables are the resonant frequency and Q -factor for that mode. The complex permittivity of the sample can be evaluated from these two measured quantities, provided all other parameters of the structure (dimensions and the surface resistance of the metallic enclosure) are known [5, 7].

Exact relations among permittivity, sample and cavity dimensions, measured resonant frequency and the unloaded Q -factor can only be derived if we can carry out an accurate theoretical analysis for the resonant structures. Theoretical results (obtained by separation of variables) can be derived in the case of the shielded dielectric resonator with cylindrical symmetry, which was selected for our analysis and measurements. We additionally assume that all metal parts are made of perfect conductors (infinite conductivity).

Figure 1 shows the case of a cylindrical dielectric resonator enclosed by a metal shield, where b is the cavity resonator radius, a is the dielectric rod radius and d is the height of the cavity. This type of cavity resonator can be analyzed as a cylindrical waveguide enclosing a central sample of radius a , and terminated in perfectly conducting plates.

The electromagnetic fields, for TE_{mnp} modes, in both the dielectric rod and the rest of the inner volume of the cavity resonator can be determined using the theory of Hertzian potentials [7]. In the structure, the magnetic Hertzian potential, Π_m , in the cylindrical

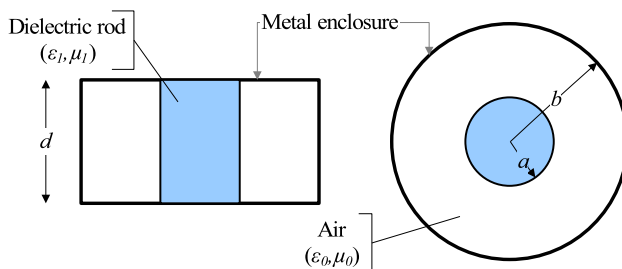


Figure 1. Cylindrical shielded dielectric resonator.

coordinate system, is given by [7, 20],

$$\mathbf{\Pi}_m(\rho, \varphi, z) = [J_n(k_c\rho) + Y_n(k_c\rho)] \cos(n\phi) \sin(\beta z) \hat{\mathbf{a}}_z, \quad (1)$$

where, $J_n(k_c\rho)$ is the Bessel function of the first kind evaluated in $k_c\rho$, $Y_n(k_c\rho)$ the Bessel function of the second kind evaluated in $k_c\rho$, k_c the cutoff wavenumber, and β is given by,

$$\beta = \frac{p\pi}{d}, \quad (2)$$

The electric \mathbf{E} field and the magnetic \mathbf{H} field are calculated using,

$$\mathbf{E} = -j\omega\mu\nabla \times \mathbf{\Pi}_m, \quad (3)$$

$$\mathbf{H} = \nabla \times \nabla \times \mathbf{\Pi}_m. \quad (4)$$

It is important to note that the magnetic Hertzian potential (1) is valid for both regions of the shielded resonator, with the clear understanding that in the dielectric rod ($0 \leq \rho \leq a$) only the Bessel function of the first kind is allowed as part of the solution since $Y_n(k_c\rho)$ goes to infinity at the origin.

Then, the boundary conditions of the tangential electric field at $\rho = b$ and $\rho = a$ and the continuity of the tangential magnetic field at $\rho = b$ provide the relationship between the resonance frequency of the loaded cavity resonator and the relative dielectric permittivity of the measured sample, given by [21],

$$\frac{nk_{c0}^2\mu_1}{ak_{c1}^2\mu_0} - \frac{k_{c0}^2\mu_1}{k_{c1}\mu_0} \frac{J_{n+1}(k_{c1}a)}{J_n(k_{c1}a)} = \frac{n\alpha}{a} - k_{c0} \frac{\alpha J_{n+1}(k_{c0}a) + Y_{n+1}(k_{c0}a)}{\alpha J_n(k_{c0}a) + Y_n(k_{c0}a)}, \quad (5)$$

where,

$$\alpha = -\frac{nY_n(k_{c0}b) - bk_{c0}Y_{n+1}(k_{c0}b)}{nJ_n(k_{c0}b) - bk_{c0}J_{n+1}(k_{c0}b)}, \quad (6)$$

and,

$$\frac{k_{c1}^2 + \beta^2}{k_{c0}^2 + \beta^2} = \frac{\mu_1\varepsilon_1}{\mu_0\varepsilon_0}, \quad (7)$$

where the cutoff wavenumber of both media (the unknown dielectric k_{c1} and the air k_{c0}) is related to the angular resonance frequency, $\omega = 2\pi f$, as follows,

$$k_{c1}^2 = \omega^2\mu_1\varepsilon_1 - \beta^2, \quad (8)$$

$$k_{c0}^2 = \omega^2\mu_0\varepsilon_0 - \beta^2. \quad (9)$$

The only parameter that must be measured in order to calculate the real part of the dielectric permittivity is the resonance frequency, f . Hence, Equations (5) and (7) are numerically evaluated and solved to obtain the real part of the dielectric permittivity of the unknown

dielectric medium. Nevertheless, (6) and (7) can be simplified for the particular case of TE₀₁₁, as shown in, (10) and (11) [6, 7],

$$\frac{k_{c0}\mu_1 J_1(k_{c1}a)}{k_{c1}\mu_0 J_0(k_{c1}a)} = \frac{\alpha J_1(k_{c0}a) + Y_1(k_{c0}a)}{\alpha J_0(k_{c0}a) + Y_0(k_{c0}a)}, \quad (10)$$

$$\alpha = -\frac{Y_1(k_{c0}b)}{J_1(k_{c0}b)}. \quad (11)$$

On the other hand, if the unknown medium has dielectric losses ($\varepsilon_1 = \varepsilon'_1 - j\varepsilon''_1$), it will be necessary to measure the system quality factor [4], Q , and the loss tangent, $\tan(\delta_d)$, both given by,

$$\frac{1}{Q} = \frac{1}{Q_d} + \frac{1}{Q_u} = \frac{\Delta f}{f} = \frac{f_u - f_l}{f}, \quad (12)$$

$$\tan(\delta_d) = \frac{1}{Q_d} = \frac{\varepsilon''_1}{\varepsilon'_1}, \quad (13)$$

where f is the resonant frequency, Δf the bandwidth of 3 dB, f_l the lower frequency of Δf , f_u the upper frequency of Δf , Q_d the quality factor associated only to dielectric losses, and Q_u the quality factor of the unloaded cavity associated with the finite conductivity of the metal enclosure, which is given by,

$$Q_u = \frac{\omega W}{P_c}, \quad (14)$$

where W is the total stored energy inside the empty cavity and P_c the power loss in the conducting walls. For a given TE_{*nmp*} mode in an unloaded cylindrical cavity, Q_u can be calculated using the following relation [21],

$$Q_u = \frac{(kb)^3 \eta_0 bd}{4(p'_{nm})^2 R_s} \frac{1 - \left(\frac{n}{p'_{nm}}\right)^2}{\left\{ \frac{bd}{2} \left[1 + \left(\frac{\beta bn}{(p'_{nm})^2}\right)^2 \right] + \left(\frac{\beta b^2}{p'_{nm}}\right)^2 \left[1 - \left(\frac{n}{p'_{nm}}\right)^2 \right] \right\}}, \quad (15)$$

where k and η_0 are the wavenumber and impedance of free space, p'_{nm} the m -th root of the first derivative of the Bessel function of the first kind, and R_s the surface resistance of the walls:

$$R_s = \sqrt{\frac{\omega\mu_0}{2\sigma}}. \quad (16)$$

3. UNCERTAINTY ESTIMATION USING MONTE CARLO METHOD

In general, the functional relationship (i.e., measurement model or equation) between the measurand (quantity intended for measurement)

Y and the set of input quantities $\{X_1, X_2, \dots, X_N\}$ determined in a measurement process is given by,

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N). \quad (17)$$

The measurement model f includes both corrections for systematic effects and accounts for sources of variability, such as those due to different observers, instruments, samples, laboratories and times at which observations are made. Therefore, the general functional relationship describes a physical law but also describes a measurement process. Some of the variables involved in the general functional relation can be controlled directly or indirectly, others can be observed but not controlled and some cannot even be observed.

An estimate of the measurand Y , denoted by y , is obtained from (17) using input estimates $\{x_1, x_2, \dots, x_N\}$ for the values of the N quantities $\{X_1, X_2, \dots, X_N\}$. Thus the output estimate y , which is the result of the measurement, is given by,

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_N). \quad (18)$$

The estimated standard deviation associated with the output estimate or measurement result y , is defined as the combined standard uncertainty and denoted by $u_c(y)$. It is determined from the estimated standard deviation associated with each input estimate x_i , defined as the standard uncertainty and denoted by $u(x_i)$ [11].

Each input estimate x_i and its associated standard uncertainty $u(x_i)$ are obtained from a distribution of possible values of the input quantity X_i . This probability distribution may be experimentally determined, that is, based on a series of observations $X_{i,j}$ of X_i , (determined experimentally) or it may be a distribution defined a priori. Type A evaluations of standard uncertainty components are founded on frequency distributions while Type B evaluations are founded on a-priori distributions [11]. In both cases it must be recognized that the probability distributions are models that are used to represent the state of our knowledge [11] about the sources of uncertainty.

In Monte Carlo techniques, both, the random and the systematic components of the uncertainty, are treated as having a random nature. It is important to notice that the systematic component is not modeled as random, and it is the knowledge about the systematic component for which a probability distribution is introduced [12].

This method basically involves randomly generating a number M of Monte Carlo trials (i.e., the number of model evaluations made) where the distribution function of the output quantity, Y , will be numerically approximated. It is further assumed that the

probability densities of the considered input quantities are known a priori. Then, a sample vector of the input quantities can be drawn repeatedly using pseudo random number generators. For each input sample vector, the corresponding values of the output quantities are calculated by using the corresponding functional relation. The set of output sample vectors yields an empirical distribution which can be used to approximate the distribution of the output quantities. All required measures (expectation value, variance and covariance) as well as higher-order central moments such as skewness and kurtosis can then be derived [14]. Before applying MCM, the conditions for valid application should be verified [12]. It is recommended to use $M \geq 10^6$ to estimate a 95% coverage interval for the output quantity to ensure such that this length is correct to one or two significant decimal digits [12]. It is also recommended to validate the quality of the pseudo-random number generator to be used in the calculations [12].

The MCM is implemented using an algorithm that can be summarized as follows [13]:

- (i) There must be generated a set of N input parameters $\{x_1, x_2, \dots, x_N\}$, which are random variables distributed according to a probability density function assigned to each input parameter. This process should be repeated M times.
- (ii) The functional relationship that model the measurement system is then evaluated to obtain the output,

$$y_j = f(x_{1,j}, x_{2,j}, \dots, x_{N,j}), \quad (19)$$

for $j = 1, 2, \dots, M$. From this sample, it is possible to estimate the probability density function of y .

- (iii) The relevant estimates of any statistical quantity can then be calculated (average, variance, skewness and kurtosis of the output, among others).
- (iv) The output vector $\{y_1, y_2, \dots, y_N\}$ is sorted in ascending order to obtain a vector $\tilde{y} = \{\tilde{y}_1, \tilde{y}_2, \dots, \tilde{y}_N\}$.
- (v) The confidence interval $[\tilde{y}_r, \tilde{y}_s]$ is found approximately through the components of \tilde{y} identified by the indexes given by (20) and (21) [22]:

$$r = \text{round}((M + 1)\gamma), \quad (20)$$

$$s = \text{round}((M + 1)(1 - \gamma)), \quad (21)$$

where, γ is the significance level ($\gamma = 0.025$ for 95% of confidence) and the function $\text{round}(x)$ is used to represent the nearest integer to x .

4. THE MEASUREMENT PROCESS

The measurement methodology is the following: Q_u and f are measured first with the empty resonator cavity and then with the dielectric rod in place. The measurements are made with a VNA. This information is used in (5) and (7) to numerically calculate the relative dielectric permittivity and in (12) and (13) to calculate the loss tangent. However, the measurement results are reliable only if within the measurement process is provided that [5]:

- The unloaded cavity losses are very low, that is, $15000 \leq Q_u \leq 30000$.
- The sample is homogeneous and has no magnetic losses. Therefore, the sample should be carefully selected and well prepared.
- The dielectric losses do not affect significantly the resonance frequency, that is, $\tan(\delta_d) \leq 0.1$.

Finally, it is important to notice that this kind of cavities can be excited by different modes. The selection of the operation mode must take into account the type of measurement required (permittivity or permeability) so as to select the most appropriate magnetic or electric field geometry for the optimal interaction with the sample.

In practice, it is recommended to choose one of the few first modes of the frequency spectrum, so that the measurements will be less sensitive to geometrical imperfections. Finally, the mode selected should correspond to a simple pattern distribution so as to allow easier identification. In our case these were the reasons for the selection of the mode TE_{011} for the measurement of permittivity.

Taking into account the previous considerations, we now proceed to identify the significant sources of uncertainty that will contribute to the overall uncertainty of the experimental results.

4.1. Sources of Uncertainty

The variables needed for the determination of the dielectric permittivity are affected mainly by the following uncertainty contributions: a) the accuracy of the instruments used in the measurements, b) the influence of the resolution of the measuring instrument and c) the repeatability of the results. In each Monte Carlo iteration, the combination of all the mentioned uncertainty factors associated to the nominal specifications is treated as a measurement error. A summary of the sources of uncertainty in complex permittivity measurements by shielded dielectric resonator technique is shown in Table 1.

Table 1. Sources of uncertainty in complex permittivity measurements by shielded dielectric resonator technique.

Factor	Error	Source of Uncertainty	Type of evaluation	Probability Distribution	Parameters
<i>d</i>	<i>e_d</i>	Accuracy	B	Uniform	MAE
		Resolution	B	Triangular	SD
		Repeatability	A	Normal	<i>s₀</i>
<i>a</i>	<i>e_a</i>	Accuracy	B	Uniform	MAE
		Resolution	B	Triangular	SD
		Repeatability	A	Normal	<i>s_o</i>
<i>b</i>	<i>e_b</i>	Accuracy	B	Uniform	MAE
		Resolution	B	Triangular	SD
		Repeatability	A	Normal	<i>s_o</i>
<i>f</i>	<i>e_f</i>	Calibration	B	Normal	<i>U_{cal}</i>
		Resolution	B	Uniform	SF

The errors associated with the dimensional factors, *e_d*, *e_a* and *e_b*, are given by the sum of the error related to the accuracy of the measurement instrument, *e_α*, the error related to the resolution of the measurement instrument, *e_r*, and other errors that affects the repeatability, *e_o*. The uncertainties contributions due to *e_α* and *e_r* are defined in terms of the maximum allowable error (MAE), and the scale division (SD), respectively. Hence, the probability density functions of *e_α*, *f* (*e_α*) and *e_r*, *f* (*e_r*), are given by,

$$f(e_\alpha) = \begin{cases} \frac{1}{\text{MAE}} & \text{for } -\frac{\text{MAE}}{2} \leq e_\alpha \leq \frac{\text{MAE}}{2} \\ 0 & \text{for } e_\alpha < -\frac{\text{MAE}}{2} \text{ or } e_\alpha > \frac{\text{MAE}}{2} \end{cases} \quad (22)$$

and,

$$f(e_r) = \begin{cases} \frac{4}{\text{SD}^2}e_r + \frac{2}{\text{SD}} & \text{for } 0 \leq e_r \leq \frac{\text{SD}}{2} \\ -\frac{4}{\text{SD}^2}e_r + \frac{2}{\text{SD}} & \text{for } -\frac{\text{SD}}{2} \leq e_r < 0 \\ 0 & \text{for } e_r < -\frac{\text{SD}}{2} \text{ or } e_r > \frac{\text{SD}}{2} \end{cases} \quad (23)$$

The variable *e_o* is modeled as a random variable with normal distribution, zero mean and an estimated standard deviation, *s_o*, where *s_o* is calculated through the repeated measurement of the length of *d*, *a*, and *b*.

On the other hand, e_f is obtained as the sum of the error related to the accuracy of the calibration of the VNA, e_{cal} , and the error due to rounding the value of the frequency measured in units of gigahertz to the third significant figure, e_{SF} . e_{cal} is modeled as an unbiased random variable of normal distribution with a standard deviation equal to σ_{cal} , where σ_{cal} (standard uncertainty) is obtained from the calibration certificate of the VNA as the expanded uncertainty reported, U_{cal} , divided by the coverage factor, k (usually $k = 2$ for a 95% of confidence level). In the same way, e_{SF} is modeled as an unbiased uniformly distributed random variable taking values within $-500 \text{ kHz} \leq e_{SF} \leq 500 \text{ kHz}$. In order to reduce the influence of the repeatability of the frequency measurements as an uncertainty contribution, it is recommended to configure the VNA to perform the averaging of the readings automatically.

Additionally, the effect of the air gap between the dielectric rod and the cavity bottom is not a source of uncertainty because the circumferential electric field distribution that characterizes the TE_{01n} modes [5] allows the air gap to be omitted without affecting the measurement. Another minor effect is related to the possible lack of alignment between the vertical axis of the dielectric rod with respect to the vertical axis of the metallic cylinder. Previous simulations, using a finite element solver, revealed that this source of uncertainty is not significant (provided that this misalignment is less than a millimeter) since the error involved is smaller than the numerical errors incurred in computing.

Finally, other factors that might contribute to the uncertainty in complex permittivity measurements, such as sample properties heterogeneities and eccentricity of the cavity walls, are not considered, assuming that the sample under test is well prepared and that the cavity has been carefully constructed.

4.2. A Model of the Measurement Process

In order to estimate the uncertainty in the complex permittivity measurements obtained by shielded dielectric resonator technique, we begin by analyzing the measurement process according to the formulation discussed in Section 2. Starting from a set of nominal specifications such as the characteristics of a given dielectric for the sample under test, cavity dimensions (designed to resonate approximately at a desired frequency for the selected mode), and conductivity of the metal enclosure; the nominal direct measurement results are calculated theoretically, as shown in Figure 2.

The random errors associated with the uncertainty contributions of each influencing factor are added to the nominal specifications

in order to calculate the new direct measurement results (f_m , f_{um} and f_{lm}) and consequently the indirect measurement results ε'_{1m} and $\tan(\delta_d)$ are random variables of unknown Probability Density Function (PDF). The errors are generated using the pseudo-random number generators included in MATLABTM, because they meet the requirements of the Monte Carlo Method as mentioned in Section 3. Figures 3 and 4 show the relationships between the errors in the measurement process.

It is important to notice that the cavity resonant frequency depends on the variations in the dimensions of the cavity with respect to the nominal ones. The measured resonance frequency is also affected by the measurement errors of the VNA. This situation affects the experimental results, ε'_{1m} and $\tan(\delta_{dm})$, in a way that can only be evaluated after a great number of iterations.

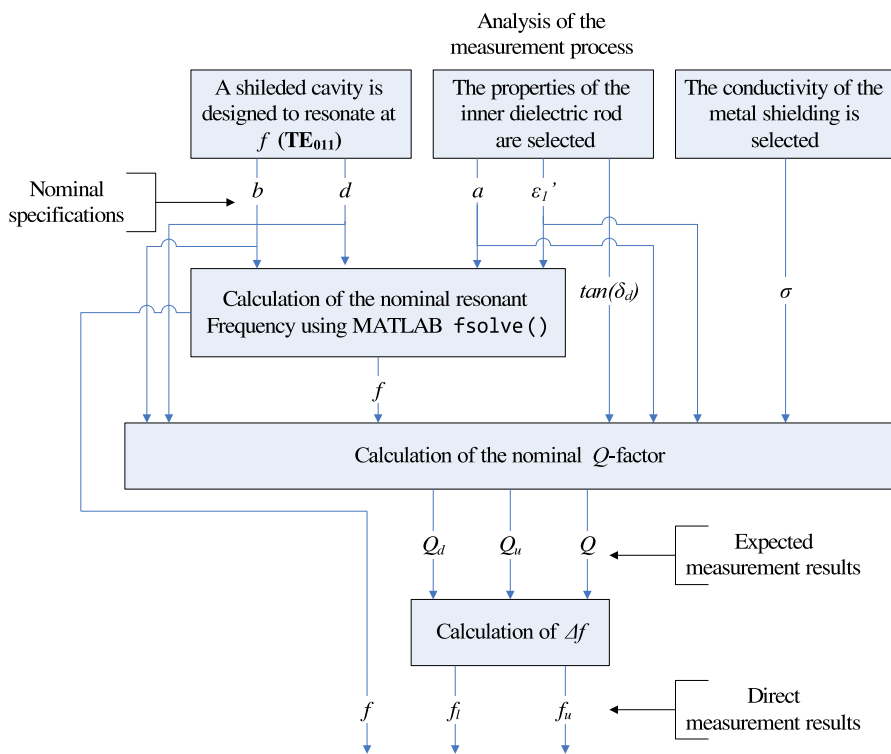


Figure 2. Analysis of the measurement process.

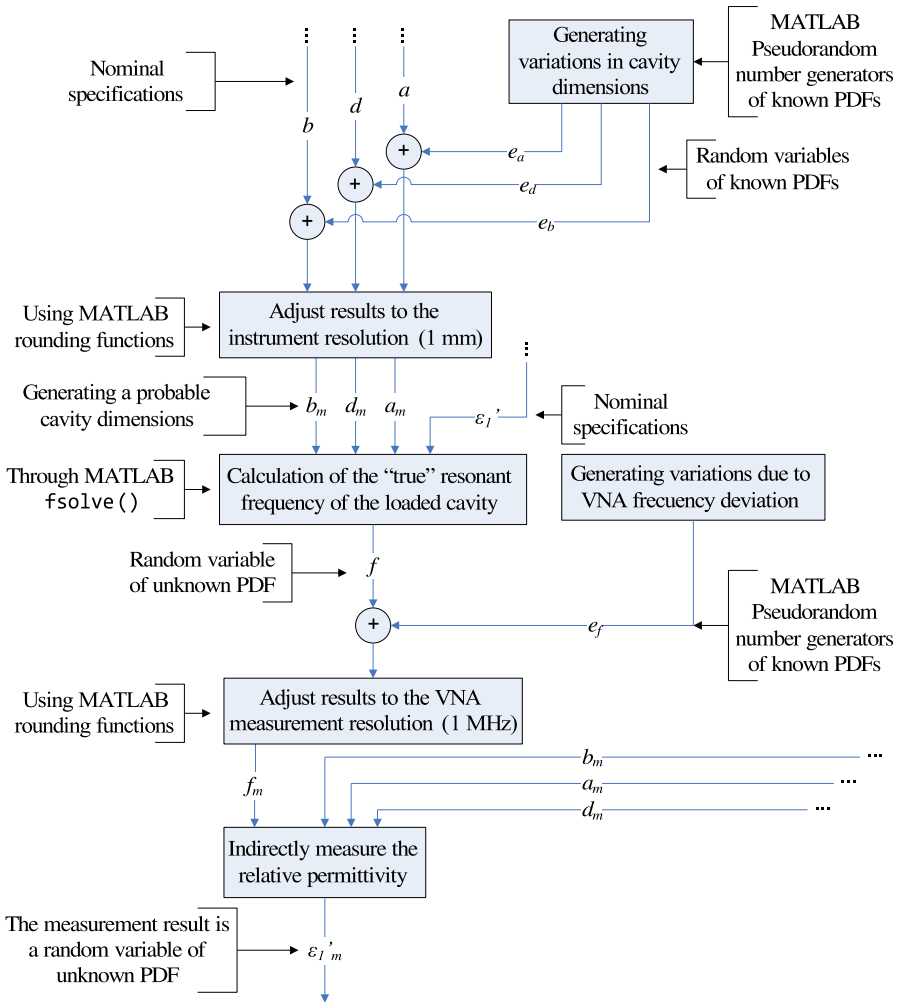


Figure 3. The model of measurement process of ϵ'_{1m} .

5. RESULTS

Now, let us consider a TE_{011} mode of a shielded resonator cavity with nominal dimensions given by $a = 14.24$ cm, $d = 7.02$ cm, used to measure the complex permittivity of an hypothetic dielectric material (similar to teflon) of $b = 3$ cm, characterized by $\epsilon'_1 = 2$ and $\tan(\delta_d) = 15 \times 10^{-4}$ at 2.5 GHz. The cavity metal enclosure is made of copper with a nominal conductivity $\sigma = 5.813 \times 10^7$ S. The nominal resonant

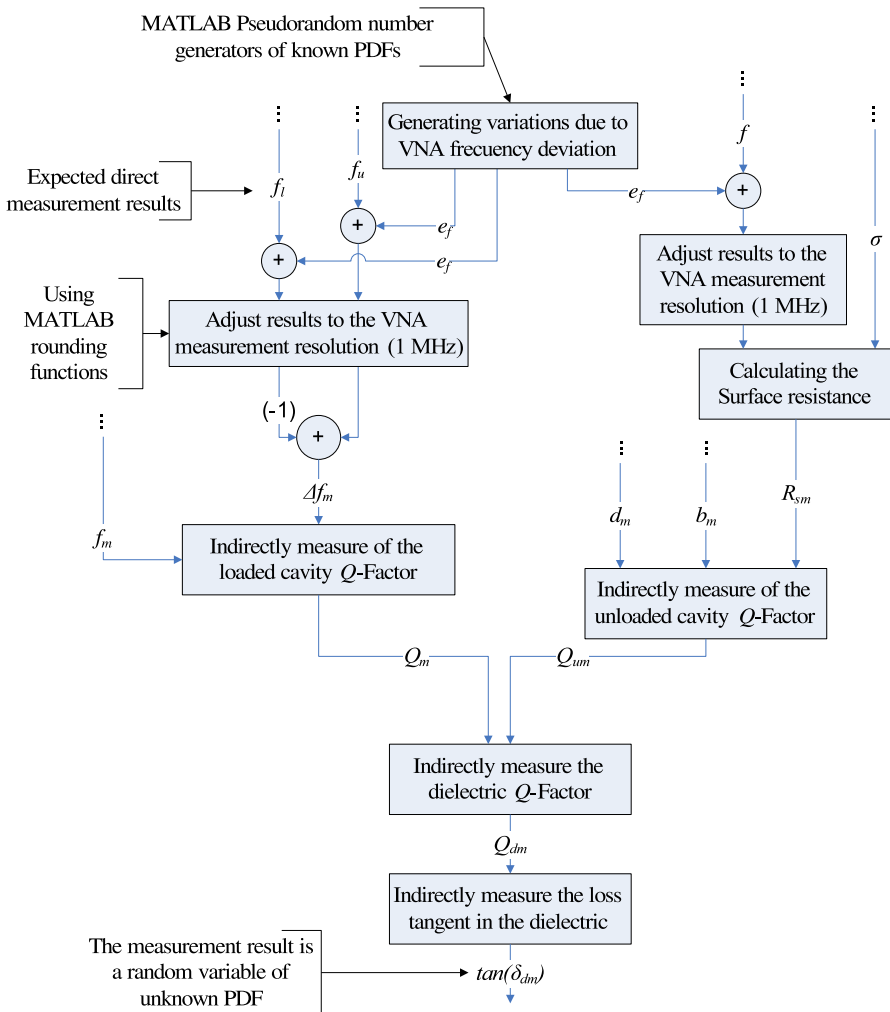


Figure 4. The model of measurement process of $\tan(\delta_{dm})$.

frequency of the empty cavity is 2.5 GHz.

Table 2 summarizes the parameters that define the PDF of the sources of uncertainty considered in this numerical example.

In the presence of the dielectric rod, the resonant frequency usually decreases. This frequency displacement could represent an important deviation of the previously calculated cavity losses, included indirectly in the system quality factor, introducing a higher uncertainty in the determination of the dielectric loss tangent. However, for our example,

the resonant frequency of the TE_{011} mode moves close to 2.45 GHz representing a low deviation. For this reason, the accuracy of resonant methods are related to materials with low loss.

The model presented in the previous section was run for 10^6 Monte Carlo trials. Figures 5 and 6 show the absolute frequency histograms of the measured relative dielectric permittivity and loss tangent, respectively.

The approximated PDF of ε'_{1m} shows a quasi-symmetrical behavior around its nominal value while $\tan(\delta_{dm})$ exhibits a highly asymmetrical distribution around its nominal value. As expected, both output distributions are not normal. This behavior corresponds mainly to the nonlinearity of (15) with variations of the cavity dimensions above and below than the nominal dimensions and the corresponding frequency shifts near 2.5 GHz. The total uncertainty in the measurement of the loss tangent becomes higher with the increasing of the conductivity losses in the cavity walls.

The 95% confidence bound related to the real part of the dielectric permittivity is $[1.9849, 2.0139]$ that is, $2^{+0.7\%}_{-0.76\%}$, and for the loss tangent is $[11.31 \times 10^{-4}, 20.84 \times 10^{-4}]$ that is, $(15 \times 10^{-4})^{+24.6\%}_{-38.9\%}$. These results show that the relative uncertainty in the determination of the loss tangent is much greater than relative uncertainty in the measurement of the dielectric permittivity.

Table 2. Values of all sources of uncertainty.

Factor	Error	Source	Parameter Value
d	e_d	e_α	MAE = 1 mm
		e_r	SD = 1 mm
		e_o	$s_o = 1$ mm
a	e_a	e_α	MAE = 1 mm
		e_r	SD = 1 mm
		e_o	$s_o = 1$ mm
b	e_b	e_α	MAE = 1 mm
		e_r	SD = 1 mm
		e_o	$s_o = 1$ mm
f	e_f	e_{cal}	$U_{cal} = 8$ kHz
		e_{SF}	SF = 1 MHz

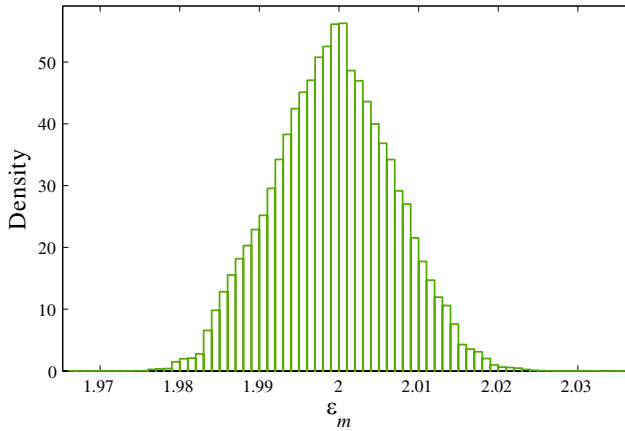


Figure 5. Frequency histograms of the measured relative dielectric permittivity.

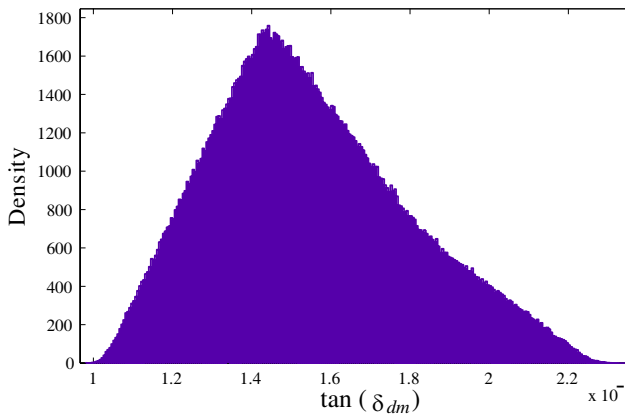


Figure 6. Frequency histograms of the measured loss tangent.

5.1. Contribution of Each Input Quantity

In order to determine which variable contributes the most to the total uncertainty in the results, the standard deviations in the results (s_ϵ and $s_{\tan(\delta)}$) were calculated running the MCM independently for each input magnitude, a , b , d and f . The results are shown in Figures 7 and 8 for the dielectric permittivity and for the loss tangent, respectively.

Figures 7 and 8 show that all input variables, approximately contribute equally to the total variability, denoted by the bar t . This means that special care should be taken on the overall measurement process.

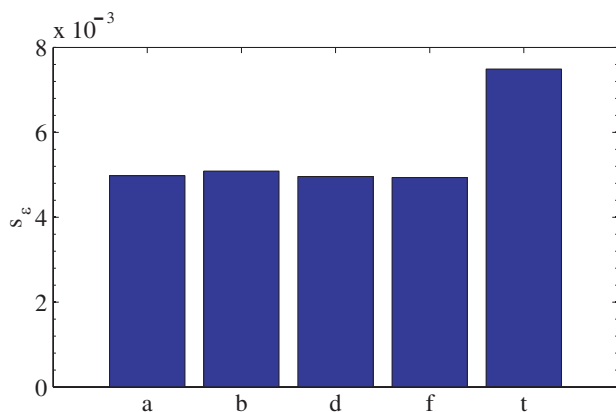


Figure 7. Contribution of each input quantity to the variability of ε'_{1m} .

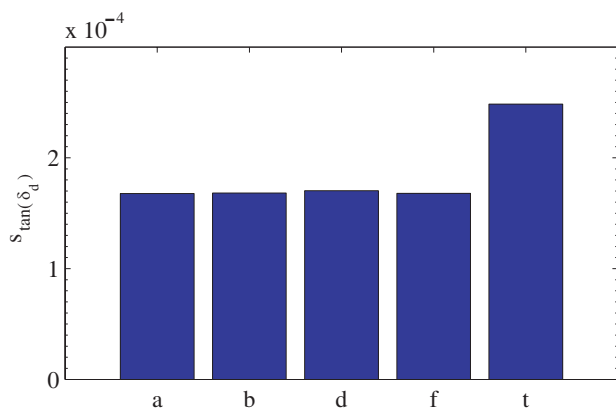


Figure 8. Contribution of each input quantity to the variability of $\tan(\delta_{dm})$.

6. CONCLUSIONS

We have shown the suitability of the Monte Carlo method in the estimation of the uncertainty associated to the complex permittivity measurements using a dielectric resonator technique inside a metallic cylindrical cavity. This procedure could also be adapted to any systems where the behavior of the electromagnetic field is known through exact equations, provided that the significant sources of uncertainty can be identified and included in the measurement model. It is important to point out that a sufficient number of runs of the Monte Carlo algorithm

should be performed in order to estimate with sufficient accuracy the uncertainty intervals of the dielectric permittivity and the loss tangent for a given confidence level.

The results presented in this paper show the advantages and disadvantages of these kinds of methods in electromagnetic characterization of materials where the experimental results for the real part of the dielectric permittivity are robust and stable while the measurement results of the loss tangent are very sensitive to the input errors. The confidence bound for the dielectric constant was approximately 1.5% wide while the loss tangent was about 65% wide, thus proving the previous statement.

We also notice that the conventional GUM analysis would not be adequate in the estimation of the uncertainty in the measurement results because the results are not normally distributed and are not symmetrical, thus justifying the Monte Carlo approach as a valid method in the uncertainty estimation. The distribution of the results attached to the sources of uncertainty identified in the measurement system used here might not be valid if other system configuration or measurement methods are use. This would be the case for transmission/reflexion methods.

Another important result, which MCM has revealed, is the sensibility of the measurement system to each input source variations. The example discussed in this paper shows that the final uncertainty is equally sensitive to all input variables, suggesting that special care must be taken in the overall process. Nevertheless, this kind of analysis is very useful in order to establish which contribution most affects the uncertainty of measurements.

REFERENCES

1. Kukharchik, P. D., V. M. Serdyuk, and J. A. Titovitsky, "Diffraction of hybrid modes in a cylindrical cavity resonator by a transverse circular slot with a plane anisotropic dielectric layer," *Progress In Electromagnetics Research B*, Vol. 3, 73–94 2008.
2. Wang, J., S. Qu, H. Ma, J. Hu, Y. Yang, and X. Wu, "A dielectric resonator-based route to left-handed metamaterials," *Progress In Electromagnetics Research B*, Vol. 13, 133–150, 2009.
3. Zhou, Y., E. Li, G. Guo, Y. Gao, and T. Yang, "Broadband complex permittivity measurement of low loss materials over large temperature ranges by stripline resonator cavity using segmentation calculation method," *Progress In Electromagnetics Research B*, Vol. 113, 143–160, 2011.

4. Chen, L. F., C. K. Ong, C. P. Neo, V. V. Varadan, and V. K. Varadan, *Microwave Electronics Measurement and Materials Characterization*, John Wiley & Sons, 2004.
5. Krupka, J., “Frequency domain complex permittivity measurements at microwave frequencies,” *Measurement Science and Technology*, Vol. 17, 55–70, 2006.
6. Yeh, Y.-S., J.-T. Lue, and Z.-R. Zheng, “Measurement of the dielectric constant of metallic nanoparticles embedded in a paraffin rod at microwave frequencies,” *IEEE Transaction on Microwave Theory and Techniques*, Vol. 53. No. 5, 2005.
7. Collin, R. E., “Field theory of guided waves,” *IEEE Antennas and Propagation Society*, 1960.
8. Liu, J., C. Chen, H. Lue, and J. Lue, “A new method developed in measuring the dielectric constants of metallic nanoparticles by a microwave double-cavity dielectric resonator,” *IEEE Microwave and Wireless Components Letters*, Vol. 13, 181–183, 2003.
9. Dester, G. D., E. J. Rothwell, M. J. Havrilla, and M. W. Hyde, “Error analysis of a two-layer method for the electromagnetic characterization of conductor-backed absorbing material using an open-ended waveguide probe,” *Progress In Electromagnetics Research B*, Vol. 26, 1–21, 2010.
10. Krupka, J., A. P. Gregory, O. C. Rochard, R. N. Clarke, B. Riddle, and J. Baker-Jarvis, “Uncertainty of complex permittivity measurements by split-post dielectric resonator technique,” *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 21, 2673–2676, 2001.
11. Joint Committee for Guides in Metrology, *Evaluation of Measurement Data Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*, 1st Edition, BIPM, Sèvres-France, 2008, Available at: <http://www.bipm.org/en/publications/guides/gum.html>, <http://www.bipm.org/en/publications/guides/gum.html>.
12. Joint Committee for Guides in Metrology, *Evaluation of Measurement Data Supplement 1 to the “Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement Propagation of Distributions Using a Monte Carlo Method*, 1st Edition, BIPM, Sèvres-France, 2008, Available at: <http://www.bipm.org/en/publications/guides/gum.html>, <http://www.bipm.org/en/publications/guides/gum.html>.
13. Azpúrua, M. A., C. Tremola, and E. Páez, “Comparison of the gum and monte carlo methods for the uncertainty estimation in electromagnetic compatibility testing,” *Progress In Electromagnetics Research B*, Vol. 34, 125–144, 2011.

14. Koch, K. R., "Evaluation of uncertainties in measurements by Monte-Carlo simulations with an application for laserscanning," *Journal of Applied Geodesy*, Vol. 2, 67–77, 2008.
15. Jing, H., M.-F. Huang, Y.-R. Zhong, B. Kuang, and X.-Q. Jiang, "Estimation of the measurement uncertainty based on quasi monte-carlo method in optical measurement," *Proceedings of the International Society for Optical Engineering*, 2007.
16. Khu, S. T. and M. G. Werner, "Reduction of Monte-Carlo simulation runs for uncertainty estimation in hydrological modelling," *Hydrology and Earth System Sciences*, Vol. 7, No. 5, 680–690, 2003.
17. Andræ, A. S. G., P. Müller, J. Anderson, and J. Liu, "Uncertainty estimation by monte carlo simulation applied to life cycle inventory of cordless phones and microscale metallization processes," *IEEE Transactions on Electronics Packaging Manufacturing*, Vol. 27, No. 4, 233–245, 2004.
18. Schuëller, G. I., "On the treatment of uncertainties in structural mechanics and analysis," *Journal Computers and Structures*, Vol. 85, Nos. 5-6, 235–243, 2007.
19. Paez, E., C. Tremola, and M. Azpúrua, "A proposed method for quantifying uncertainty in RF immunity testing due to eut presence," *Progress In Electromagnetics Research B*, Vol. 29, 175–190, 2011.
20. Stratton, J. A., *Electromagnetic Theory*, McGraw-Hill Book Company, Inc., 1941.
21. Pozar, D. M., *Microwave Engineer*, John Wiley & Sons, 2005.
22. Willink, R., "On using the Monte Carlo method to calculate uncertainty intervals," *Metrologia*, Vol. 43, L39–L42, 2006.

UNCERTAINTY MINIMIZATION IN PERMITTIVITY MEASUREMENTS IN SHIELDED DIELECTRIC RESONATORS

E. Páez^{1,*}, M. A. Azpúrua¹, C. Tremola¹, and R. C. Callarotti²

¹Instituto de Ingeniería, Laboratorio de Electromagnetismo Aplicado, Centro de Ingeniería Eléctrica y Sistemas, Caracas, Venezuela

²Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas (IVIC), Caracas, Venezuela and Universidad del Turabo, Gurabo, Puerto Rico

Abstract—In this paper, we present a novel general methodology which ensure a minimum uncertainty in the measurement of the real part of the permittivity of a material measured using cylindrical shielded dielectric resonators. The method is based on the fact that for any given value of the dielectric permittivity there is an optimal radius of the cylindrical dielectric rod sample. When the dielectric rod sample has the optimum radius, the width of the coverage interval associated to the real part of the dielectric permittivity measurement result — for a given confidence level — is reduced due to a lower sensitivity of the dielectric permittivity to be measured versus the variations in the resonant frequency. The appropriated radius of a given sample under test is calculated using Monte Carlo simulations for a specific mode and a specific resonant frequency. The results show that the confidence interval could be reduced by one order of magnitude with respect to its maximum width predicted by the uncertainty estimation performed using the Monte Carlo method (MCM) as established by the supplement 1 of the Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM). The optimum radius of the sample under examination is fundamentally determined by the electromagnetic equations that describe the measurement and does not depend specifically of the sources of uncertainty considered.

Received 28 August 2012, Accepted 27 September 2012, Scheduled 1 October 2012

* Corresponding author: Eduardo Paez (ejpaezb@gmail.com).

1. INTRODUCTION

Continuing with our previous work [1] in this paper, we present an effective method that minimizes the uncertainty in the measurement of the real dielectric permittivity of a material. As we indicated previously, the method is valid only for low loss materials in view of the nature of the exact relations between permittivity, sample and cavity dimensions, measured resonant frequency and the unloaded Q -factor for the resonant structures. Resonant methods are the preferred technique in dielectric permittivity measurements over non-resonant measurements [2], in view to their higher accuracy and sensitivity. Although, recent papers have discussed the problems associated to the estimation of uncertainty in the measurement of dielectric permittivity of materials, but only a few have proposed a systematic methodology for the reduction of the uncertainty associated to the measurement of the dielectric permittivity using resonant cavities [3].

In order to calculate the confidence level of the results associated to transmission/reflexion methods in coaxial lines, NIST has evaluated the results obtained by different laboratories [4]. Permittivity values obtained with an electromagnetic resonator system were used as reference value and were found to be within $\pm 10\%$ of the coaxial line results. The value of the air gap between the inner and the outer conductor was the principal source of uncertainty in these coaxial line measurements. Some algorithms have been used for the correction of permittivity measurement based on the capacitor model assuming that the air-gap is uniform between the sample and the outer and inner conductor of the coaxial line. The system is treated as three capacitor in series. In other cases the reference measurement was provided by a stripline resonator [5]. This reference describes a method that minimizes the inherent uncertainty in these cavity based results. The method is based on the appropriate selection of the parameters used in the conformal mapping modeling procedure used. The expected uncertainty in the permittivity of the samples was found to be within $\pm 10\%$ when compared with results obtained using the NIST stripline resonator.

The technique most commonly used for the estimation of uncertainty in permittivity measurements is the differential analysis (partial derivative technique) [6–8] where the sensitivity coefficients are computed as the derivatives of the permittivity (real or complex) with respect to the scattering parameter and dimensional variables among others [2, 9]. It is important to notice that, there is a lack of consistency between the way in which the uncertainty is estimated in the aforementioned works and the guidelines given by the Bureau

International des Poids et Mesures (BIPM) through the Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM) [10]. In order to estimate the uncertainty associated with measurements in a shielded dielectric resonator we recently proposed the use of a Monte Carlo method [1], as established by the supplement 1 of the GUM [11]. This method provides the bases of the present paper in where we propose a novel method to minimize the uncertainty in permittivity measurements. The minimization is achieved since we can show that an optimal value for the radius of the sample can be selected in the interval values where, the computed permittivity exhibits a low sensibility with respect to variations in the measured resonant frequency. These variations are due to all the sources of uncertainty in the measurement.

In this paper, we will first discuss the bases of the uncertainty estimation in real permittivity measurement using Monte Carlo Method. We will then show how to determine the usable frequency range for TE or TM modes used in the measurement of permittivity in a shielded dielectric resonator. Finally, we will discuss the methodology required for the minimization of the uncertainty and we will include a numerical example.

2. UNCERTAINTY ESTIMATION IN COMPLEX PERMITTIVITY MEASUREMENT USING THE MONTE CARLO METHOD

In our previous work [1], we discussed the required concepts for the uncertainty estimation using MCM in permittivity measurement. This powerful tool will now be employed to find the optimum dimension of a dielectric rod sample in order to minimize the uncertainty in the measurement of the real part of the permittivity.

For the shielded cylindrical dielectric resonator shown in Figure 1,

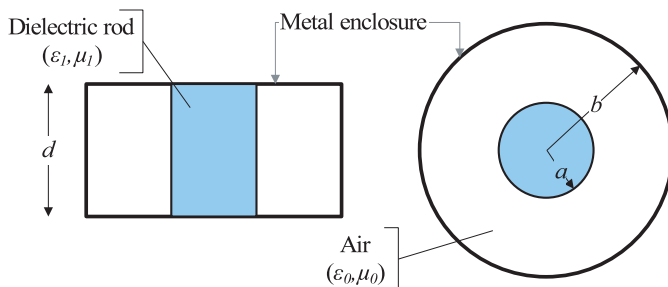


Figure 1. Shielded dielectric resonator.

the description of the measurement is summarized by Equations (1) and (3).

$$\frac{nk_{c0}^2\mu_1}{ak_{c1}^2\mu_0} - \frac{k_{c0}^2\mu_1}{k_{c1}\mu_0} \frac{J_{n+1}(k_{c1}a)}{J_n(k_{c1}a)} = \frac{n\alpha}{a} - k_{c0} \frac{\alpha J_{n+1}(k_{c0}a) + Y_{n+1}(k_{c0}a)}{\alpha J_n(k_{c0}a) + Y_n(k_{c0}a)}, \quad (1)$$

where,

$$\alpha = -\frac{nY_n(k_{c0}b) - bk_{c0}Y_{n+1}(k_{c0}b)}{nJ_n(k_{c0}b) - bk_{c0}J_{n+1}(k_{c0}b)}, \quad (2)$$

and,

$$\frac{k_{c1}^2 + \beta^2}{k_{c0}^2 + \beta^2} = \frac{\mu_1\varepsilon_1}{\mu_0\varepsilon_0}, \quad (3)$$

where b is the cavity resonator radius, a the dielectric rod radius, and d the height of the cavity. $J_n(k_c\rho)$ is the Bessel function of the first kind and $Y_n(k_c\rho)$ is the Bessel function of the second kind, both of order n .

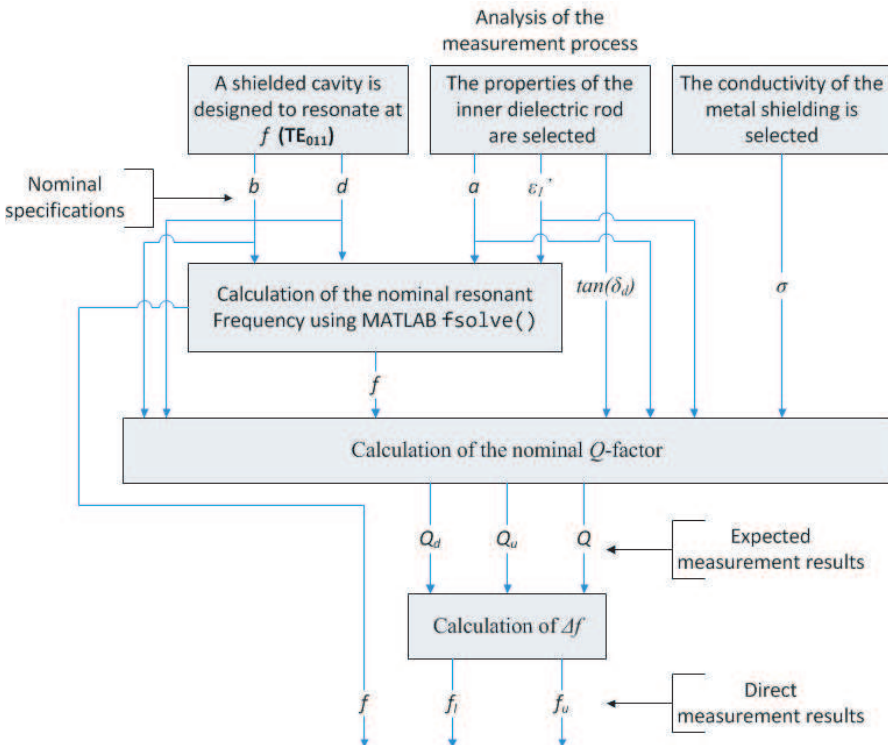


Figure 2. Analysis of the measurement process.

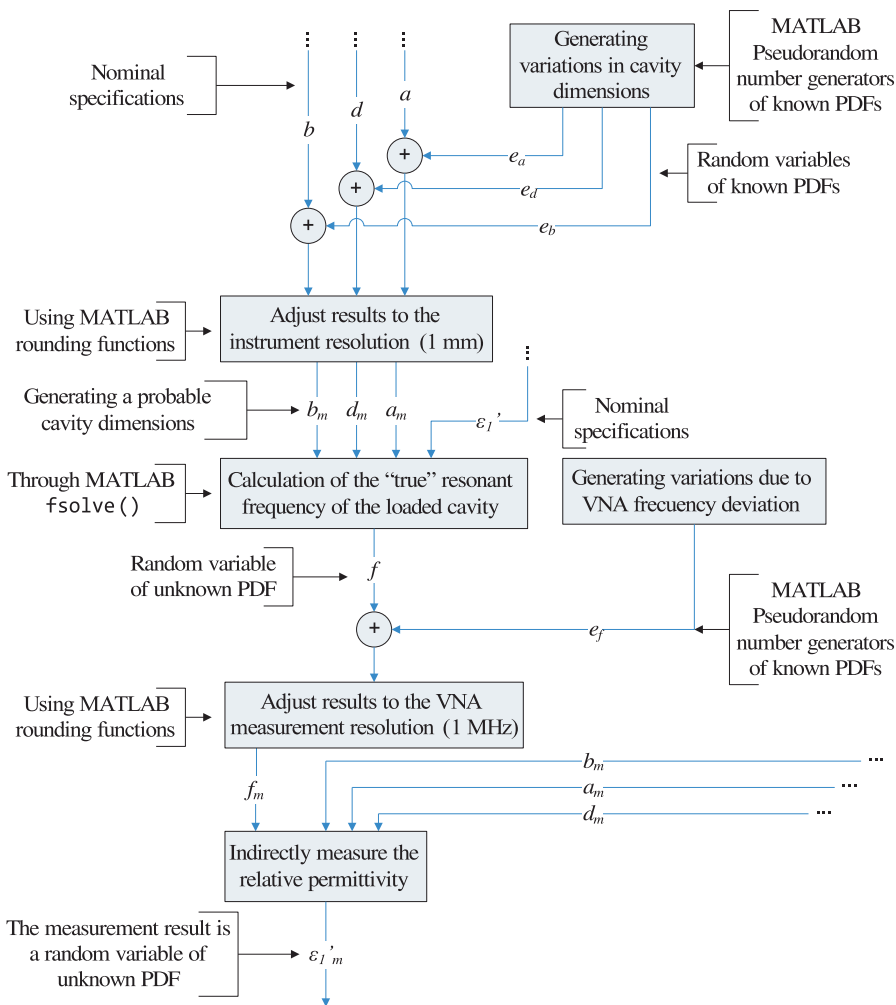


Figure 3. The model of measurement process of ϵ'_{1m} .

The cutoff wavenumber of both media, the unknown dielectric, k_{c1} , and the air k_{c0} , are related to the angular resonance frequency, $\omega = 2\pi f$, as follows,

$$k_{c1}^2 = \omega^2 \mu_1 \epsilon_1 - \beta^2, \tag{4}$$

$$k_{c0}^2 = \omega^2 \mu_0 \epsilon_0 - \beta^2. \tag{5}$$

In order to estimate the uncertainty in the complex permittivity measurements obtained by shielded dielectric resonator technique, we start from a set of nominal specifications such as the electromagnetic

properties of a given dielectric for the sample under test, cavity dimensions (designed to resonate approximately at a desired frequency for the selected mode), and conductivity of the metal enclosure. From these values the nominal direct measurement results are calculated theoretically, as shown in Figure 2. The procedure assumes a real permittivity value (which is also valid for low loss complex permittivity materials).

The random errors associated to the uncertainty contributions of each contributing factor (Table 1) are added to the nominal specifications in order to calculate the new direct measurement results (f_m , f_{um} and f_{lm}) and consequently the indirect measurement results ε'_{1m} and $\tan(\delta_d)$ are random variables of unknown probability density function (PDF). The errors are generated using the pseudo-random number generators included in MATLABTM, because they meet the requirements of the Monte Carlo Method with any specific probability distribution. Figures 2 and 3 show the relationships between the errors in the measurement process.

It is important to note that the variations in the resonant cavity depend on the variations in the dimensions of the cavity with respect to the nominal specifications. The measured resonance frequency is also affected by the measurement errors of the Vector Network Analyzer (VNA). Thus the experimental results, ε'_{1m} and $\tan(\delta_{dm})$, can only be evaluated after a great number of iterations.

Table 1. Sources of uncertainty in complex permittivity measurements by shielded dielectric resonator technique.

Factor	Error	Source of Uncertainty	Type of evaluation	Probability Distribution	Parameters
d	e_d	Accuracy	B	Uniform	MAE
		Resolution	B	Triangular	SD
		Repeatability	A	Normal	s_o
a	e_a	Accuracy	B	Uniform	MAE
		Resolution	B	Triangular	SD
		Repeatability	A	Normal	s_o
b	e_b	Accuracy	B	Uniform	MAE
		Resolution	B	Triangular	SD
		Repeatability	A	Normal	s_o
f	e_f	Calibration	B	Normal	U_{cal}
		Resolution	B	Uniform	SF

2.1. Sources of Uncertainty

The variables needed for the indirect measurement of the dielectric permittivity are mainly influenced by the following uncertainty contributions: a) the accuracy of the instruments used in the measurements; b) the resolution of the measuring instruments and c) the repeatability of the results. In each Monte Carlo iteration, the combination of all the mentioned uncertainty factors associated to the nominal specifications is treated as a measurement error. A summary of the sources of uncertainty in complex permittivity measurements by shielded dielectric resonator technique is shown in Table 1.

The errors associated with the dimensional factors, e_d , e_a and e_b , are given by the sum of the error related to the accuracy of the measurement instrument, e_α , the error related to the resolution of the measurement instrument, e_r , and other errors that affects the repeatability, e_o . The uncertainties contributions due to e_α and e_r are defined in terms of the maximum allowable error (MAE), and the scale division (SD), respectively. Hence, the probability density functions of e_α , $f(e_\alpha)$ and e_r , $f(e_r)$, are given in our previous work [1].

On the other hand, e_f is obtained as the sum of the error related to the accuracy of the calibration of the VNA, e_{cal} , and the error due to rounding off the value of the frequency measured in units of gigahertz to the third significant figure, e_{SF} . e_{cal} is modeled as an unbiased random variable of normal distribution with a standard deviation equal to σ_{cal} , where σ_{cal} (standard uncertainty) is obtained from the calibration certificate of the VNA as the expanded uncertainty reported, U_{cal} , divided by the coverage factor, k (usually $k = 2$ for a 95% of confidence level). In the same way, e_{SF} is modeled as an unbiased uniformly distributed random variable taking values within $-500 \text{ kHz} \leq e_{SF} \leq 500 \text{ kHz}$. In order to reduce the influence of the repeatability of the frequency measurements, it is recommended to configure the VNA to perform the sample averaging of the readings automatically.

Finally, other factors that might contribute to the uncertainty in complex permittivity measurements, such as sample properties heterogeneities and eccentricity of the cavity walls, were not considered, since it is assumed that the sample under test is well prepared and that the cavity has been carefully constructed and validated.

3. VALID FREQUENCY RANGE FOR TE AND TM MODES IN PERMITTIVITY MEASUREMENTS

When a permittivity measurement is performed in a shielded dielectric resonator is important to know which resonant modes are excited in the cavity. For a specific dielectric permittivity and radius of the dielectric cylindrical rod, the resonant frequency is calculated as solution of the corresponding TE or TM equations set. It means that for a selected working mode of order n the resonant frequency decreases when the dielectric permittivity increases just to the point where the cutoff wave number k_{c1} and k_{c0} produce different frequencies values using Equations (4) and (5). This means that we are dealing with an attenuated mode due to the resonant frequency of the medium 2 (air) becomes a complex quantity. This implies that the existent mode inside the cavity corresponds to a higher order mode. This is the usable range of a particular resonant mode in a specific cavity.

In order to determine the usable frequency range as a function of the dielectric permittivity of the sample for a specific mode with a fixed dielectric rod radius in a cavity resonator, we first solve the Equations (1) and (3) to find the cutoff wave numbers k_{c1} , k_{c0} and then we calculate the resonant frequency using Equations (4) and (5). If the solution is valid, both frequency results — in air and in the dielectric medium — must agree. The permittivity value at which the frequency calculated in both medium are no longer equal is the upper bound that limits the maximum dielectric permittivity that could be measured for this resonant mode and for this sample radius using the specified cavity. To avoid this situation the sample radius could be reduced or a higher resonant mode could be excited.

In order to illustrate our procedure, we consider an empty cavity designed for the TE_{021} mode with a resonant frequency of 3.2 GHz, whose radius is twice the length. A dielectric rod with the same height as the cavity is placed at its center, having a radius 3 cm. The relative dielectric permittivity value is assessed in the interval $[1, 18]$, and the resonant frequency in both medium is calculated using (4) and (5). The point where both resonant frequency becomes different ($\epsilon_1 \approx 17$), illustrated in Figure 4, marks the usable permittivity range for the TE_{021} mode.

If the permittivity value of the sample is expected to be within this range, then is possible to use this mode for the measurement of the real part of the dielectric permittivity.

4. METHODOLOGY FOR UNCERTAINTY MINIMIZATION

As shown in Figure 4, the greater variations in the resonant frequency in both extremities of the ϵ_1 vs f curve corresponds to small changes in the dielectric permittivity, in other words, the real part of the dielectric permittivity is less sensitive to the variations in the measured resonant frequency. This can be analyzed in terms of the first derivative of this data. Where the first derivative of this curve is higher, it implies a lower sensitivity of the calculated dielectric permittivity with respect to the uncertainty related in the measured resonant frequency. This effect is mainly caused by the fact that the measurement system is highly non-linear, resulting in variations of the resonant frequency that are not proportional to the changes in the real permittivity measurement. The first derivative of the ϵ_1 vs f curve is shown in Figure 5.

All dimensional uncertainty sources affect directly the resonant frequency of the empty cavity and this mean that they are the most important parameters to be considered for the reduction of the uncertainty measurement. Therefore, the resonant frequency is used as the most important variable affecting the determination of the real part of the dielectric permittivity.

As a numerical example, lets consider the same cavity resonator and the same radius for the sample under test ($a = 3$ cm) for which the valid frequency range for TE and TM modes in permittivity measurements was calculated previously in Section 3. For the aforementioned configuration the measurement results confidence

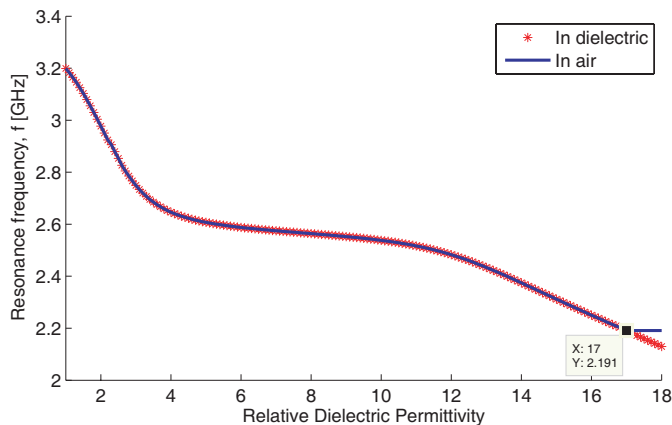


Figure 4. Frequency range for TE₀₂₁ for $a = 3$ cm.

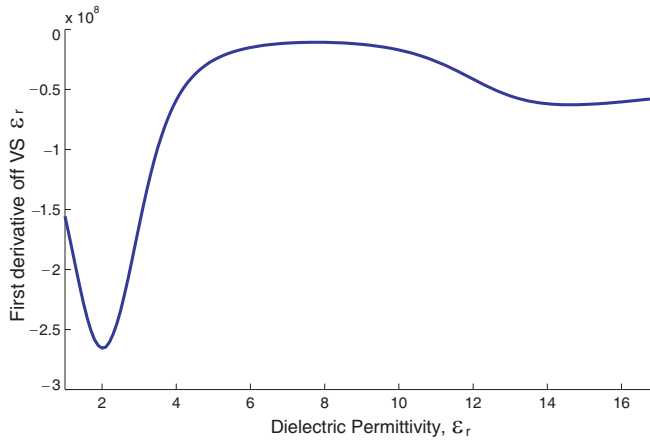


Figure 5. First derivative of resonant frequency with respect to the dielectric permittivity.

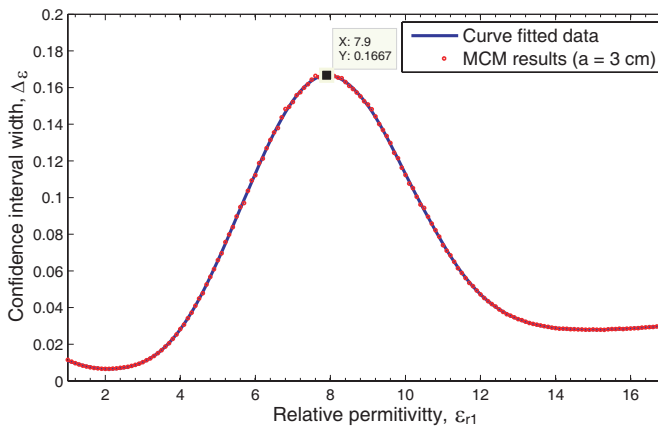


Figure 6. Confidence interval for a range of dielectric permittivity with Radius of 3 cm.

interval will be iteratively calculated within the valid permittivity range, using the MCM with a set of 10^4 runs for each value of the dielectric permittivity considered in the range, which for this particular case, had a resolution of 0.1. It is important to note that the step size in the dielectric permittivity evaluation and the number of Monte Carlo runs must be chosen to meet the computational capabilities. Figure 6 shows the 95% confidence interval width, calculated for every dielectric permittivity in the valid range. Figure 6 shows that there is a dielectric permittivity value ($\epsilon_1 = 7.9$) for which the measurement uncertainty is

maximized when using a dielectric rod radius of 3 cm. This fact allow us to interpret that there must be radius size for which a sample under test characterized by $\varepsilon_1 = 7.9$ can have its measurement uncertainty minimized. Thus, for any dielectric permittivity value there is an optimum radius where the sensitivity of the measurement system is reduced allowing us to measure the dielectric permittivity with a minimum uncertainty associated to our measurement capabilities.

Returning to Figure 5, the point with the smallest absolute value (the central region), represent the range where there is a larger uncertainty in the measurement. Once the expected dielectric permittivity is approximately known (performing a preliminary measurement), the MCM is once again used to estimate the confidence interval width for this expected dielectric permittivity changing the sample under test radius size with a sweep starting from the smallest possible radius for which the sample could be prepared (1 cm in our case) to the maximum allowed radius calculated accordingly the explanation found in Section 3. Then, it is possible to select the optimum radius for which the uncertainty is the minimized. Finally, the sample under test should be prepared with the optimum radius size and the measurement must be repeated. This process can be repeated continuously in order to reduce the uncertainty as much as it is possible or practical.

As indicated previously, the least accurate dielectric permittivity to be measured using TE_{021} in the cavity with a 3 cm of radius is $\varepsilon_{r1} = 7.9$. In order to illustrate the measurement uncertainty minimization process we will use this value of permittivity for the sample under test. Hence, we have calculated the width of the 95% confidence interval of the measurement result for a the range $1 \text{ cm} < a < 4.5 \text{ cm}$, with a step size of 0.5 mm. The results are shown on Figure 7, where we used a 10^4 MCM iterations for every value of radius. The results shown on Figure 7 indicate that the optimum radius has a value of 3.8 cm (minimum uncertainty) while a radius of 2.7 cm will correspond to maximum uncertainty.

The results shown on Figure 8 are similar to those shown on Figure 6 but now they correspond to a 3.8 cm fixed radius. These results verify that there is a minimum in the confidence interval for $\varepsilon'_{r1} = 7.9$.

We can summarize our technique as follows:

- (i) Once that the desired working frequency and the electromagnetic mode are selected, the first measurement of the dielectric permittivity is done with a sample of any radius within the valid range. Thus a first value of the dielectric permittivity is obtained.
- (ii) The next step corresponds to the selection the optimum radius

obtained by calculating the confidence interval using MCM for a range of radius, considering the practical limitations related to the sample preparation. The value of the dielectric permittivity is taken as the expected value measured previously.

- (iii) Finally, the dielectric permittivity measurement is repeated with a sample with the optimum radius. This measurement will provide a more accurate result.

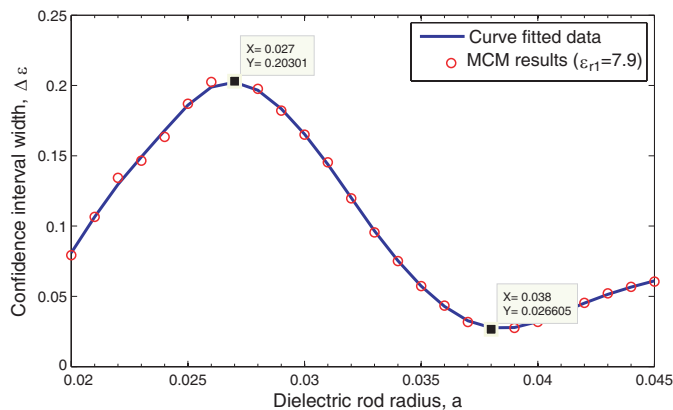


Figure 7. Confidence interval for a sample with a dielectric permittivity of 7.9 with a variable radius.

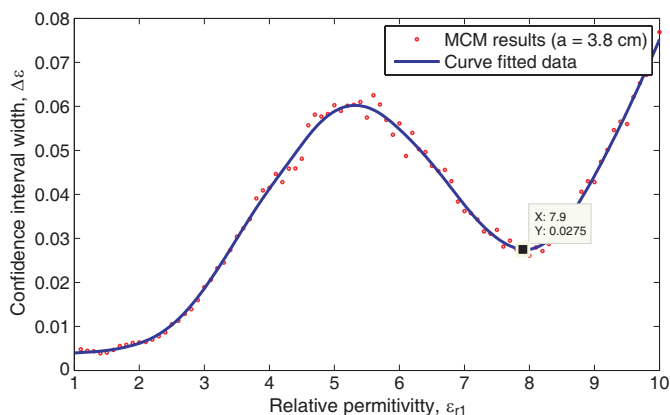


Figure 8. Confidence interval for a range of dielectric permittivity with Radius of 3.8 cm.

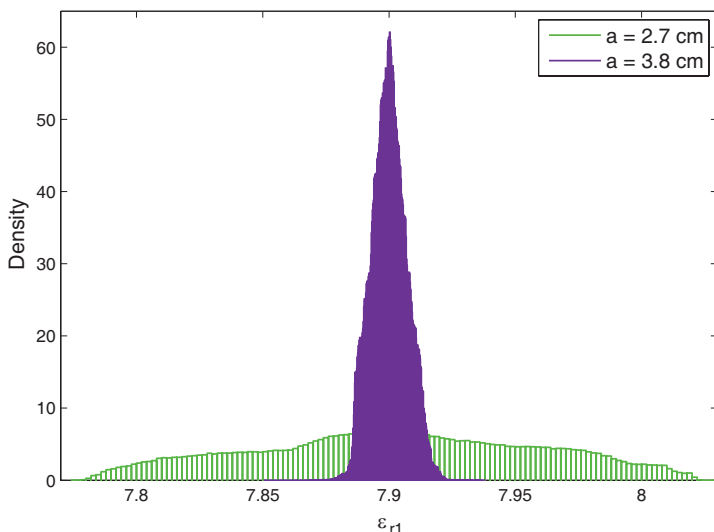


Figure 9. Coverage interval for a confidence level of 95%.

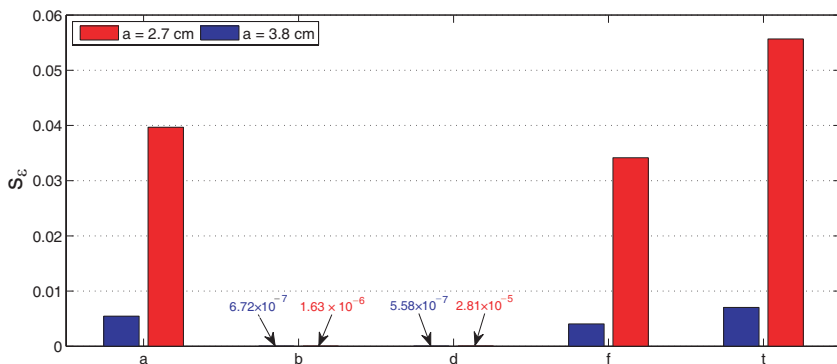


Figure 10. Sensitivity analysis.

5. RESULTS

Figure 9 shows the probability density function using the MCM with 10^6 iterations for $\epsilon'_{r1} = 7.9$ and radius 2.7cm and radius 3.8 cm, corresponding to the values of the worst case and the optimum radius, respectively. For the first case the coverage interval for a confidence level of 95% was $7.9^{+1.32\%}_{-1.28\%}$. In the second case the confidence interval width for the same confidence level was $7.9^{+0.18\%}_{-0.16\%}$. It means a reduction of the uncertainty in approximately 87% with respect to the worst case configuration.

This methodology does not implies a minimization in uncertainty in the measurement of the loss tangent.

The sensitivity analysis for each input uncertainty source is shown in Figure 10. We can observe how the system measurement is highly insensitive at the optimum radius to the uncertainty of the height and radius of the cavity, the radius of the sample under test and the measurement of the resonant frequency in comparison to the sample prepared for the case of the worst radius.

6. CONCLUSIONS

This article shows an efficient way to minimize the uncertainty in permittivity measurement using a shielded dielectric resonator for any resonant mode and any expected dielectric permittivity. This technique, based on the Monte Carlo Method, determines the optimum radius where the system exhibits an insensitivity to the dimension uncertainty and the frequency measurement.

The method is validated through MCM in the optimum radius and was compared to the worst radius case using 10^6 iterations. The example analyzed showed a reduction of 87% in the uncertainty between the optimum and the worst case, using the characteristics of our measurement system and its particular sources of uncertainty. The technique presented can be used for any resonant frequency and any electromagnetic mode inside a shielded dielectric resonator.

The technique discussed does not predict the effect on the measurement of the complex part of the permittivity (or equivalently of the loss tangent). Further studies are required in this respect and in the case of high loss materials where the real and the imaginary parts of the permittivity are comparable.

REFERENCES

1. Paez, E., M. A. Azpurua, C. Tremola, and R. C. Callarotti, "Uncertainty estimation in complex permittivity measurements by shielded dielectric resonator technique using the monte carlo method," *Progress In Electromagnetics Research B*, Vol. 41, 101–119, 2012.
2. Ong, C. K., L. F. Chen, V. V. Varadan, C. P. Neo, and V. K. Varadan, *Microwave Electronics Measurement and Materials Characterization*, John Wiley & Sons, Ltd., 2004.
3. Vanzura, E. J., J. R. Baker-Jarvis, J. H. Grosvenor, and M. D. Janezic, "Intercomparison of permittivity measurements using the transmission/reflection method in 7-mm coaxial

- transmission lines,” *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Vol. 42, No. 11, 2063–2070, Nov. 1994.
4. Weil, C. M. and W. A. Kissick, “The electromagnetic properties of materials program at nist,” *8th IEEE Instrumentation and Measurement Technology Conference, IMTC, Conference Record*, 626–630, May 1991.
 5. Waldron, R. A., “Theory of a strip-line cavity for measurement of dielectric constants and gyromagnetic-resonance line-widths,” *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Vol. 12, No. 1, 123–131, Jan. 1964.
 6. Baker-Jarvis, J., R. G. Geyer, J. H. Grosvenor, Jr., M. D. Janezic, C. A. Jones, B. Riddle, C. M. Weil, and J. Krupka, “Dielectric characterization of low-loss materials a comparison of techniques,” *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, Vol. 5, No. 4, 571–577, Aug. 1998.
 7. Baker-Jarvis, J., E. J. Vanzura, and W. A. Kissick, “Improved technique for determining complex permittivity with the transmission/reflection method,” *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Vol. 38, No. 8, 1096–1103, Aug. 1990.
 8. Du, X.-H., Q.-M. Wang, and K. Uchino, “Accurate determination of complex materials coefficients of piezoelectric resonators,” *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, Vol. 50, No. 3, 312–320, Mar. 2003.
 9. Boughriet, A.-H., C. Legrand, and A. Chapoton, “Noniterative stable transmission/reflection method for low-loss material complex permittivity determination,” *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Vol. 45, No. 1, 52–57, Jan. 1997.
 10. Bureau International des Poids et Mesures, Joint Committee for Guides in Metrology, *Evaluation of Measurement Data — Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*, 1st edition, BIPM, 2008.
 11. Bureau International des Poids et Mesures, Joint Committee for Guides in Metrology, *Evaluation of Measurement Data — Supplement 1 to the “Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement” — Propagation of Distributions using a Monte Carlo Method*, 1st edition, BIPM, 2008.

Bibliografía

- [1] Roberto Cesare Callarotti. Energy return on energy invested (eroi) for the electrical heating of methane hydrate reservoirs. *Sustainability*, 3(11):2105–2114, 2011.
- [2] Derek Walton, Harald Boehnel, and David J Dunlop. Response of magnetic nanoparticles to microwaves. *Applied physics letters*, 85(22):5367–5369, 2004.
- [3] Maylin Carrizales, Larry Lake, and Russell Johns. Production improvement of heavy-oil recovery by using electromagnetic heating. In *SPE Annual Technical Conference and Exhibition*, 2008.
- [4] Cesar Ovalles, Anyaleth Fonseca, Ali Lara, Vladimir Alvarado, Kerin Urrecheaga, Aaron Ranson, and Humberto Mendoza. Opportunities of downhole dielectric heating in venezuela: three case studies involving medium, heavy and extra-heavy crude oil reservoirs. In *SPE International Thermal Operations and Heavy Oil Symposium and International Horizontal Well Technology Conference*, 2002.
- [5] Bill Westphal. Comunicación personal de bill westphal del mit laboratory for insulation research, cambridge, massachusetts (arthur von hippel) a roberto callarotti, 2003.
- [6] RC Callarotti. Electromagnetic heating of oil. *SPE Handbook of Petroleum Engineering Vol*, 6, 2007.
- [7] Stephen Blundell and David Thouless. *Magnetism in condensed matter*, volume 1. Oxford University Press New York, 2001.
- [8] Alberto P Guimaraes and Alberto Passos Guimarães. *Principles of nanomagnetism*. Springer, 2009.
- [9] Ronald L Martin and John C Winters. Composition of crude oil through seven carbons as determined by gas chromatography. *Analytical Chemistry*, 31(12):1954–1960, 1959.
- [10] Alice Masili, Sonia Puligheddu, Lorenzo Sassu, Paola Scano, and Adolfo Lai. Prediction of physical-chemical properties of crude oils by 1h nmr analysis of neat samples and chemometrics. *Magnetic Resonance in Chemistry*, 50(11):729–738, 2012.
- [11] Felipe Sanchez-Minero, Jorge Ancheyta, Guadalupe Silva-Oliver, and Sergio Flores-Valle. Predicting sara composition of crude oil by means of nmr. *Fuel*, 2012.
- [12] Claude M Weil and William A Kissick. The electromagnetic properties of materials program at nist. In *Instrumentation and Measurement Technology Conference, 1991. IMTC-91. Conference Record., 8th IEEE*, pages 626–630. IEEE, 1991.
- [13] C. K. Ong L. F. Chen, V. V. Varadan C. P. Neo, and V. K. Varadan. *Microwave Electronics Measurement and Materials Characterization*. John Wiley & Sons, Ltd, 2004.
- [14] En-Yuan Sun and Shuh-Han Chao. Unloaded q measurement-the critical points method. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 43(8):1983–1986, 1995.

- [15] Lye Heng Chua and Dariush Mirshekar-Syahkal. Accurate and direct characterization of high-q microwave resonators using one-port measurement. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 51(3):978–985, 2003.
- [16] Stefano Giordano. Effective medium theory for dispersions of dielectric ellipsoids. *Journal of electrostatics*, 58(1):59–76, 2003.
- [17] H Looyenga. Dielectric constants of heterogeneous mixtures. *Physica*, 31(3):401–406, 1965.
- [18] DAG Bruggeman. The calculation of various physical constants of heterogeneous substances. i. the dielectric constants and conductivities of mixtures composed of isotropic substances. *Ann. Phys*, 24(132):636–679, 1935.
- [19] Julius Adams Stratton. *Electromagnetic Theory*. McGraw-Hill Book Company, Inc, 1941.
- [20] GR Traut. Measurement of microwave dielectrics: experience, needs and ideas. In *Antennas and Propagation Society International Symposium, 1992. AP-S. 1992 Digest. Held in Conjunction with: URSI Radio Science Meeting and Nuclear EMP Meeting., IEEE*, pages 2263–2266. IEEE, 1992.
- [21] James Baker-Jarvis. *Transmission/reflection and short-circuit line permittivity measurements*. National Institute of Standards and Technology, 1990.
- [22] James Baker-Jarvis, Michael D Janezic, John H Grosvenor Jr, and Richard G Geyer. Transmission/reflection and short-circuit line methods for measuring permittivity and permeability. *NASA STI/Recon Technical Report N*, 93:12084, 1992.
- [23] BW Hakki and P D. Coleman. A dielectric resonator method of measuring inductive capacities in the millimeter range. *Microwave Theory and Techniques, IRE Transactions on*, 8(4):402–410, 1960.
- [24] Yoshio Kobayashi and Masayuki Katoh. Microwave measurement of dielectric properties of low-loss materials by the dielectric rod resonator method. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 33(7):586–592, 1985.
- [25] Y Kobayashi, T Imai, and H Kayano. Microwave measurement of surface impedance of high- T_c superconductor. In *Microwave Symposium Digest, 1990., IEEE MTT-S International*, pages 281–284. IEEE, 1990.
- [26] N Pompeo, R Marcon, and E Silva. Dielectric resonators for the measurement of superconductor thin films surface impedance in magnetic fields at high microwave frequencies. *Journal of superconductivity and novel magnetism*, 20(1):71–82, 2007.
- [27] SB Cohn and KC Kelly. Microwave measurement of high-dielectric-constant materials. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 14(9):406–410, 1966.
- [28] Gordon Kent. An evanescent-mode tester for ceramic dielectric substrates. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 36(10):1451–1454, 1988.
- [29] Robert E. Collin. *Field Theory of Guided Waves*. IEEE Antennas and Propagation Society, second edition edition, 1960.

- [30] HE Bussey. Measurement of rf properties of materials a survey. *Proceedings of the IEEE*, 55(6):1046–1053, 1967.
- [31] Richard G Carter. Accuracy of microwave cavity perturbation measurements. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, 49(5):918–923, 2001.
- [32] D. Gershon, J. P. Calame, Y. Carmel, and T. M. Antonsen. Adjustable resonant cavity for measuring the complex permittivity of dielectric materials. *Review of Scientific Instruments*, 71(8):3207–3209, aug 2000.
- [33] Z-Y Shen, Charles Wilker, Philip Pang, William L Holstein, Dean Face, and Dennis J Kountz. High- Q superconductor-sapphire microwave resonator with extremely high Q -values up to 90 k. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 40(12):2424–2431, 1992.
- [34] Darko Kajfez and Pierre Guillon. Dielectric resonators. *Norwood, MA, Artech House, Inc., 1986, 547 p. No individual items are abstracted in this volume.*, 1, 1986.
- [35] A Van Hippel. Tables of dielectric materials. Technical report, DTIC Document, 1944.
- [36] Martín Croce, Diego AR Dalvit, Fernando C Lombardo, and Francisco D Mazzitelli. Hertz potentials approach to the dynamical casimir effect in cylindrical cavities of arbitrary section. *Journal of Optics B: Quantum and Semiclassical Optics*, 7(3):S32, 2005.
- [37] WS Weiglhofer. Isotropic chiral media and scalar hertz potentials. *Journal of Physics A: Mathematical and General*, 21(9):2249, 1988.
- [38] Franco De Flaviis, Massimo G Noro, Rodolfo E Diaz, G Franceschetti, and Nicolaos G Alexopoulos. A time-domain vector potential formulation for the solution of electromagnetic problems. *Microwave and Guided Wave Letters, IEEE*, 8(9):310–312, 1998.
- [39] P Hammond. Use of potentials in calculation of electromagnetic fields. *Physical Science, Measurement and Instrumentation, Management and Education-Reviews, IEE Proceedings A*, 129(2):106–112, 1982.
- [40] S Przeździecki and RA Hurd. A note on scalar hertz potentials for gyrotropic media. *Applied physics*, 20(4):313–317, 1979.
- [41] W. Geyi. Time-domain theory of metal cavity resonator. *Progress in electromagnetics research*, 78:219–253, 2008.
- [42] David M. Pozar. *Microwave Engineering*. Jhon Wiley & Sons, Inc., third edition edition, 2005.
- [43] Gary Dean Dester, Edward J Rothwell, Michael John Havrilla, and Milo Wilt Hyde IV. Error analysis of a two-layer method for the electromagnetic characterization of conductor-backed absorbing material using an open-ended waveguide probe. *Progress In Electromagnetics Research B*, 26:1–21, 2010.
- [44] J. Krupka, A. P. Gregory, O.C. Rochard, R.N. Clarke, B. Riddle, and J. Baker-Jarvis. Uncertainty of complex permittivity measurements by split-post dielectric resonator technique. *Journal of the European Ceramic Society*, 21:2373–2676, 2001.

- [45] B. Riddle, J. Baker-Jarvis, and J. Krupka. Complex permittivity measurements of common plastics over variable temperatures. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 51(3):727 – 733, mar 2003.
- [46] Darko Kajfez. *Q-Factor*. Wiley Online Library, 2005.
- [47] Darko Kajfez and Eugene J Hwan. Q-factor measurement with network analyzer. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 32(7):666–670, 1984.
- [48] Paul J Petersan and Steven M Anlage. Measurement of resonant frequency and quality factor of microwave resonators: Comparison of methods. *Journal of Applied Physics*, 84(6):3392–3402, 1998.
- [49] Ashok Kumar and Ghanshyam Singh. Measurement of dielectric constant and loss factor of the dielectric material at microwave frequencies. *Progress In Electromagnetics Research*, 69:47–54, 2007.
- [50] APS Khanna and Y Garault. Determination of loaded, unloaded, and external quality factors of a dielectric resonator coupled to a microstrip line. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 31(3):261–264, 1983.
- [51] Wu Chunli, Bai Zhiming, Xiao Jingkui, and Wang Jinxing. Simulation analysis on quality factor of rf receiving coil for an mri system. In *Control and Decision Conference, 2009. CCDC'09. Chinese*, pages 4652–4655. IEEE, 2009.
- [52] D Kajfez, S Chebolu, MR Abdul-Gaffoor, and AA Kishk. Uncertainty analysis of the transmission-type measurement of q-factor. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 47(3):367–371, 1999.
- [53] Robert Henry Dicke and Edward M Purcell. *Principles of microwave circuits*, volume 25. Iet, 1948.
- [54] M Cox, P Harris, and BR-L Siebert. Evaluation of measurement uncertainty based on the propagation of distributions using monte carlo simulation. *Measurement Techniques*, 46(9):824–833, 2003.
- [55] Maurice Cox and Peter Harris. The gum and its planned supplemental guides. *Accreditation and quality assurance*, 8(7-8):375–379, 2003.
- [56] Walter Bich, Maurice G Cox, and Peter M Harris. Evolution of the 'guide to the expression of uncertainty in measurement'. *Metrologia*, 43(4):S161, 2006.
- [57] SUBJECT TO CHANGE THEREFORE and MAYNOTBE AS. Guide to the expression of uncertainty in measurement. 1995.
- [58] Maurice G Cox and Bernd RL Siebert. The use of a monte carlo method for evaluating uncertainty and expanded uncertainty. *Metrologia*, 43(4):S178, 2006.
- [59] Jerzy Krupka, AP Gregory, OC Rochard, RN Clarke, B Riddle, and J Baker-Jarvis. Uncertainty of complex permittivity measurements by split-post dielectric resonator technique. *Journal of the European Ceramic Society*, 21(15):2673–2676, 2001.

- [60] Mohan V Jacob, Janina Mazierska, Kenneth Leong, and Jerzy Krupka. Simplified method for measurements and calculations of coupling coefficients and Q_i factor of high-temperature superconducting dielectric resonators. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 49(12):2401–2407, 2001.
- [61] Karl-Rudolf Koch. Evaluation of uncertainties in measurements by monte carlo simulations with an application for laserscanning. *Journal of Applied Geodesy*, 2(2):67–77, 2008.
- [62] Hui Jing, Mei-fa Huang, Yan-ru Zhong, Bing Kuang, and Xiang-qian Jiang. Estimation of the measurement uncertainty based on quasi monte-carlo method in optical measurement. In *International Symposium on Photoelectronic Detection and Imaging: Technology and Applications 2007*, pages 66240Q–66240Q. International Society for Optics and Photonics, 2007.
- [63] Marco A Azpurua, Ciro Tremola, and Eduardo Paez. Comparison of the gum and monte carlo methods for the uncertainty estimation in electromagnetic compatibility testing. *Progress In Electromagnetics Research B*, 34:125–144, 2011.
- [64] Eduardo Paez, Ciro Tremola, and Marco A Azpurua. A proposed method for quantifying uncertainty in rf immunity testing due to eut presence. *Progress In Electromagnetics Research B*, 29:175–190, 2011.
- [65] Eduardo Paez, Marco A Azpurua, Ciro Tremola, and Roberto Callarotti. Uncertainty minimization in permittivity measurements in shielded dielectric resonators. *Progress In Electromagnetics Research M*, 26:127–141, 2012.
- [66] R Willink. Short communication: On using the monte carlo method to calculate uncertainty intervals. *Metrologia*, 43:L39–L42, 2006.
- [67] Jerzy Krupka. Frequency domain complex permittivity measurements at microwave frequencies. *Measurement Science and Technology*, 17(6):R55, 2006.
- [68] E. Paez, M. A. Azpurua, C. Tremola, and R. C. Callarotti. Uncertainty estimation in complex permittivity measurements by shielded dielectric resonator technique using the monte carlo method. *Progress in Electromagnetics Research B*, 41:101–119, 2012.
- [69] LKH Van Beek. Dielectric behaviour of heterogeneous systems. *Progress in dielectrics*, 7:69–114, 1967.
- [70] Sanjay M Puranik, Ashok C Kumbharkhane, and Suresh C Mehrotra. The static permittivity of binary mixtures using an improved bruggeman model. *Journal of Molecular Liquids*, 59(2):173–177, 1994.
- [71] Mercedes N Lakhtakia and Akhlesh Lakhtakia. Anisotropic composite materials with intensity-dependent permittivity tensor: the bruggeman approach. *Electromagnetics*, 21(2):129–137, 2001.
- [72] Ching-Lei Li and Kun-Mu Chen. Determination of electromagnetic properties of materials using flanged open-ended coaxial probe-full-wave analysis. *Instrumentation and Measurement, IEEE Transactions on*, 44(1):19–27, 1995.
- [73] Chriss A Jones. Permittivity and permeability measurements using stripline resonator cavities—a comparison. *Instrumentation and Measurement, IEEE Transactions on*, 48(4):843–848, 1999.

- [74] Eric J Vanzura, James R Baker-Jarvis, John H Grosvenor, and Michael D Janezic. Intercomparison of permittivity measurements using the transmission/reflection method in 7-mm coaxial transmission lines. *Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on*, 42(11):2063–2070, 1994.
- [75] Ravi K Challa, Darko Kajfez, Veysel Demir, Joseph R Gladden, and Atef Z Elsherbeni. Permittivity measurement with a non-standard waveguide by using trl calibration and fractional linear data. *Progress In Electromagnetics Research B*, 2:1–13, 2008.
- [76] Jing-Jong Pan. Cavity excitation utilizing microstrip, strip, or slot line, July 8 1980. US Patent 4,211,987.
- [77] Jorge J Moré. The levenberg-marquardt algorithm: implementation and theory. In *Numerical analysis*, pages 105–116. Springer, 1978.
- [78] Kenneth M Brown and John E Dennis Jr. Derivative free analogues of the levenberg-marquardt and gauss algorithms for nonlinear least squares approximation. *Numerische Mathematik*, 18(4):289–297, 1971.
- [79] Michael JD Powell. A hybrid method for nonlinear equations. *Numerical methods for nonlinear algebraic equations*, 7:87–114, 1970.
- [80] Charles G Broyden. A class of methods for solving nonlinear simultaneous equations. *Mathematics of computation*, 19(92):577–593, 1965.
- [81] Roger Fletcher and Michael JD Powell. A rapidly convergent descent method for minimization. *The Computer Journal*, 6(2):163–168, 1963.